



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**  
**FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**



**FABIANA MANTOVANI GOMES**  
Cirurgiã Dentista

Avaliação da resistência a microtração da união de sistemas adesivos autocondicionantes à dentina com e sem prévio jateamento de óxido de alumínio e após diferentes períodos de armazenamento em água

*Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do grau de Doutora em Odontologia, área de Dentística.*

Piracicaba  
2004



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**

**FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

**FABIANA MANTOVANI GOMES**  
Cirurgiã Dentista

Avaliação da resistência a microtração da união de sistemas adesivos autocondicionantes à dentina com e sem prévio jateamento de óxido de alumínio e após diferentes períodos de armazenamento em água

*Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do grau de Doutora em Odontologia, área de Dentística.*

Orientador: Prof. Dr. José Roberto Lovadino

Banca Examinadora:

Prof. Dr. José Roberto Lovadino  
Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins  
Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo  
Prof. Dr. Rodrigo Dutra Mürrer  
Profa. Dra. Gisele Damiana da Silveira Pereira

Piracicaba  
2004

## Ficha Catalográfica

Gomes, Fabiana Mantovani  
G585a Avaliação da resistência a microtração da união de sistemas adesivos autocondicionantes à dentina com e sem prévio jateamento de óxido de alumínio e após diferentes períodos de armazenamento em água/ Fabiana Mantovani Gomes – Piracicaba, SP: [s.n.], 2003.  
xvii, 160p.: il.

Orientador: Prof. Dr. José Roberto Lovadino  
Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais Dentários. 2. Dentística. 3. Adesão. 4. Adesivos Dentários. I. Lovadino, José Roberto. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

**Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP**





Dedico este trabalho a meus pais **Valdir e Maria**, principais incentivadores e animadores dessa etapa de minha vida e ao meu esposo **Daniel** por seu amor, confiança e cumplicidade.





## AGRADECIMENTOS

Agradeço a **Deus** pelo Espírito Santo que nos dá força, por eu nunca ter me sentido só, e por nos momentos necessários sempre se mostrar a frente das dificuldades e me ajudar a sobrepor todos os limites.

Agradeço a minha irmã **Carolina** pela alegria, cumplicidade e doação para comigo. E a minha irmã **Isabella** pelas orações e pelas conversas tão frutuosas.

À querida **Juliana** pelo companheirismo, amizade inestimável ao meu coração.

À grande amiga **Claudia** por lições de vida tão valorosas, pela docilidade e incentivo.

Agradeço a sempre amiga **Cristina** pelo carinho e amizade presentes apesar da distância.

Agradeço ao grande amigo **Alex**, exemplo de doação e disponibilidade ao próximo, pela presença e incentivo.

Ao amigo **Flávio** pela amizade e convivência tão importantes.

Agradeço a **Thalita Regina Vieira Oliveira** por sua ajuda e dedicação fundamentais para realização deste trabalho.

Ao professor **Dr. José Roberto Lovadino** pelo incentivo ao meu desenvolvimento na pós graduação e pelas oportunidades de crescimento e conhecimento oferecidas com gratuidade.



Agradeço ao professor **Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo** profissional e pessoalmente por exercer de maneira brilhante suas atividades acadêmicas.

Aos professores da disciplina de Dentística, **Luís Roberto Marcondes Martins, e Marcelo Giannini**, pela participação diária em minha formação, claramente maior do que o necessário por serem pessoas dedicadas e batalhadoras.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, nas pessoas do **Prof. Dr. Talles Rocha de Mattos Filho** (Diretor) e do **Prof. Dr. Mário Fernando de Góes** (Diretor Associado).

Ao **Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho**, coordenador dos cursos de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas.

À **Profa. Dra. Brenda Paula Figueiredo de Almeida Gomes**, coordenadora do curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas.

À **Área de Materiais Dentários** - Departamento de Odontologia Restauradora, na pessoa do **Prof. Dr. Simonides Consani**, pela disponibilização dos Laboratórios para desenvolvimento experimental de parte deste trabalho.



Aos funcionários da Área de Dentística - Departamento de Odontologia Restauradora, **Paula, Fernanda, Pedro e Denise**, pela amizade, colaboração e disposição durante nossa convivência.

Ao funcionário da Área de Materiais Dentários, **Marcos Blanco Cangiani** pela disponibilidade e profissionalismo.

Ao Centro de Microscopia Eletrônica de Varredura da FOP-UNICAMP, tendo como responsáveis os técnicos **Eliene Orsine N. Romani** e **Adriano L. Martins**, pela ajuda e atenção durante a utilização do microscópio.

À **Elfusa** pela doação do óxido de alumínio 50  $\mu$ . A **J. Morita** pela doação do sistema adesivo One Up Bond F e **Dentsply** pela doação das resinas Compostas TPH utilizadas neste experimento.



**“Se o Senhor não edificar a casa, em  
vão trabalham os que a  
constroem...pois Deus dá aos seus  
amados até durante o sono”.**

**Salmo 126, 1a; 2.**





## SUMÁRIO

|                                   | Páginas |
|-----------------------------------|---------|
| <b>Resumo</b>                     | 1       |
| <b>Abstract</b>                   | 3       |
| <b>1. Introdução</b>              | 5       |
| <b>2. Revisão de Literatura</b>   | 11      |
| <b>3. Proposição</b>              | 68      |
| <b>4. Material e Métodos</b>      | 70      |
| <b>5. Resultados</b>              | 86      |
| <b>6. Discussão</b>               | 112     |
| <b>7. Conclusão</b>               | 127     |
| <b>Referências Bibliográficas</b> | 129     |
| <b>Anexos</b>                     | 137     |

## **RESUMO**

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência do jateamento prévio com óxido de alumínio na resistência à microtração da união de dois sistemas adesivos autocondicionantes, Clearfil SE Bond e One Up Bond F, à dentina, após três períodos de armazenamento em água (1, 90 e 180 dias). Foram utilizados 36 terceiros molares para cada sistema adesivo sendo 18 dentes utilizados com jateamento de óxido de alumínio e 18 dentes sem jateamento de óxido de alumínio. Os sistemas adesivos foram aplicados em superfície plana da dentina média coronária, e um bloco de compósito de 6 mm de altura foi confeccionado com a resina composta TPH. Em seguida os dentes foram seccionados serial e paralelamente ao seu longo eixo nos sentidos mesio-distal e vestibulo-lingual através de um disco diamantado de alta concentração em cortadeira de precisão. Os “palitos” foram avaliados após 24 horas, 90 e 180 dias de armazenamento em água que era trocada diariamente. O teste de microtração foi realizado nos tempos pré-determinados, em máquina universal de ensaio, na velocidade de 0,5 mm/min. Os dados obtidos foram submetidos à ANOVA two-way e teste de Tukey Kramer. As amostras foram observadas em microscopia eletrônica de varredura para avaliar o padrão de fratura. Os resultados demonstraram que a aplicação do jateamento de óxido de alumínio melhorou a força de adesão apenas no tempo de 90 dias quando

aplicado o adesivo Clearfil SE Bond. Não houve diferença entre as médias de resistência à tração em relação aos sistemas adesivos. A força de união à dentina diminuiu significativamente em decorrência do fator tempo, entre as avaliações 24 horas e 180 dias para os dois sistemas adesivos. Ocorreram diferenças significativas nas proporções de todos os tipos de padrão de fratura e os fatores em estudo (sistemas adesivos, jateamento com óxido de alumínio e armazenamento) influenciaram significativamente a ocorrência dos tipos de padrão de fratura.

*Palavras Chaves:* sistemas adesivos autocondicionantes, durabilidade de união, pré-tratamentos dentinários.

## **ABSTRACT**

This study tested the effects of long-term durability and aluminum oxide air abrasion on bond strength of self-etching adhesive systems. Extracted human third molars were ground flat with 600-grit SiC paper to expose middle coronal dentin. Clearfil SE Bond and One Up Bond F were applied to dentin surfaces according to manufacturer's instructions with and without previous aluminum oxide 50  $\mu\text{m}$  air abrasion. A crown was built up with TPH Spectrum and the specimens were stored in water for 24 hours. The bonded assemblies were vertically sectioned into beams for microtensile bond test. The beams of each tooth were immersed in individual bottles of water at 37°C which was changed every day. Specimens were stored for one day, and three and six months, and at the specific time period, the specimens were subjected to microtensile bond test. The bond strength data were subjected to ANOVA and Tukey Kramer test. Fractured specimens were analyzed in an scanning electron microscope to determine the failure modes. Air abrasion improved Clearfil SE Bond bond strength in three month evaluation. No significant difference was found between the two adhesives means, however the bond strengths gradually decreased over time. Failure modes varied significantly among groups and were influenced by the study factors.

*Key Words:* self-etching adhesive systems, long-term durability, dentin pretreatments

## 1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento dos sistemas adesivos e das resinas compostas possibilitou técnicas restauradoras que preservam a estrutura dental. Assim, a longevidade das restaurações estéticas está diretamente relacionada à efetividade dos sistemas adesivos, pois a carência de união e selamento marginal inadequado podem levar ao fracasso da restauração (PASHLEY, 1991; FORTIN *et al.*, 1994).

A união de materiais restauradores resinosos ao esmalte tem sido satisfatória pelo embricamento mecânico da resina ao esmalte condicionado com ácido fosfórico (BUONOCORE, 1955; RETIEF, 1973; BARKMEIER E COOLEY, 1992; SWIFT JR, PERDIGÃO E HEYMANN 1995; VAN MEERBEEK, 1998).

A dentina, porém, se caracteriza como um tecido poroso, mineralizado e preenchido por fluidos, diferente do esmalte. Se um material restaurador não selar adequadamente a interface com a dentina, desenvolve-se uma transmissão de fluidos através da fenda marginal para a superfície da dentina e para a polpa, por meio dos túbulos dentinários, podendo ocorrer microinfiltração e sintomatologia dolorosa. Muitos problemas clínicos como pequena força de adesão, microinfiltração, sensibilidade pós-operatória e irritação pulpar têm como denominador comum à dificuldade de se aderir à estrutura da dentina (PASHLEY, 1991).

Dessa maneira, a mesma capacidade de união entre material restaurador e esmalte tem sido buscada para a dentina (SWIFT JR, PERDIGÃO & HEYMANN, 1995).

Os sistemas adesivos são os principais agentes de união à dentina e sua utilização envolve a remoção ou dissolução da *smear layer*, desmineralização da superfície dentinária (VAN MEERBEEK, 1998) e a formação de uma camada híbrida, que se constitui de uma zona de dentina desmineralizada impregnada por resina (VAN MEERBEEK *et al.*, 1992; DUKE, 1993; BOUILLAGUET *et al.*, 2001).

Dentre os adesivos que se unem à dentina pela formação de camada híbrida, encontram-se os convencionais, que utilizam condicionamento com ácido fosfórico, divididos em dois grupos, os que contêm *primer* e adesivo em frascos separados, e aqueles que conjugaram estes elementos em frasco único com o intuito de simplificar os procedimentos e etapas clínicas, bem como diminuir a susceptibilidade destes sistemas à técnica de aplicação, uma vez que o passo clínico de aplicação do *primer* é suprimido (FINGER & FRITZ, 1996; SETTEMBRINI, SCHERER & KAIN, 1997).

O condicionamento ácido da dentina é necessário para remover ou dissolver a *smear layer*, expor as fibras colágenas da matriz dentinária para difusão dos monômeros do adesivo e formar a camada híbrida; no

entanto, sistemas adesivos convencionais que utilizam condicionamento ácido total podem produzir desmineralização excessiva e, por conseqüência, incompleta penetração dos monômeros resinosos na superfície da dentina desmineralizada resultando em espaços vazios e fibras colágenas desprotegidas vulneráveis à degradação (BOUILLAGUET *et al.*, 2001).

Devido a isso, foram introduzidos sistemas adesivos que combinam monômeros ácidos e *primer* em único frasco, são os chamados sistemas autocondicionantes que dissolvem e incorporam a *smear layer*, assim como desmineralizam a superfície da dentina para formação da camada híbrida (GORBAN *et al.*, 1997; VAN MEERBEEK, 1998). Estes sistemas reduzem a incompleta penetração da resina fluida na rede de colágeno e a possibilidade de degradação de camada híbrida em longo prazo, uma vez que desmineralizam a dentina e a impregnam com resina fluida, ao mesmo tempo (YOSHIYAMA *et al.*, 1998).

Entre os adesivos autocondicionantes existem os sistemas com passo único para sua aplicação que unem o *primer* ácido e o adesivo (MIYAZAKI *et al.*, 2001; MIYAZAKI, IWASAKI & ONOSE, 2002b). Esses sistemas são compostos por dois frascos em que os componentes resinosos hidrófilos e hidrófobos encontram-se separados para manter suas



características e são misturados imediatamente antes da aplicação (TAY *et al.*, 2002c).

Os sistemas adesivos monofracos e autocondicionantes têm sido estudados em relação à força de união através do teste do cisalhamento, por vários autores (GORBAN *et al.*, 1997; BARKMEIER HAMMESFAHR & LATTA, 1999). Outros estudos com procedimentos adesivos também envolvem variáveis como pré-tratamentos dentinários (LOS E BARKMEIER, 1994; PILO *et al.*, 2001); e avaliações de longevidade de restaurações (GWINNETT & YU, 1994; SHONO *et al.*, 1999; HASHIMOTO *et al.*, 2001; OKUDA *et al.*, 2001 e 2002).

O jateamento de óxido de alumínio, comumente usado em superfícies metálicas para aumentar o embricamento mecânico com materiais resinosos (LOS & BARKMEIER, 1994); para remoção de cáries e restaurações deficientes e para preparos cavitários (RINAUDO, COHRAN & MOORE, 1997), também tem sido utilizado como pré-tratamento dentinário e caracteriza-se como uma alternativa para produzir superfícies de esmalte e dentina mais rugosas, com o objetivo de aprimorar a força de união com esses substratos (HANNING & FEMERLING, 1998). Segundo COLI *et al.* (1999) pré-tratamentos dentinários que elevam sua rugosidade, podem afetar a força de adesão principalmente devido ao aumento da superfície de contato interfacial entre a dentina e o sistema adesivo. Dessa

maneira, especula-se que a remoção da *smear layer* com jateamento de óxido de alumínio pode melhorar o potencial de infiltração do sistema adesivo na dentina, resultando em maiores forças de adesão (CHAVES, GIANINNI & AMBROSANO, 2002).

A durabilidade da união entre resina e dentina é de grande importância para longevidade de restaurações adesivas (OKUDA *et al.*, 2002). Os testes de avaliação dos sistemas adesivos são geralmente realizados 24 horas após a confecção dos espécimes; no entanto, este intervalo de tempo não é suficiente para demonstrar o comportamento do sistema adesivo, no que diz respeito à diminuição da força adesiva com o passar do tempo (KITASAKO *et al.*, 2000; BURROW, SATOH & TAGAMI, 1996).

A força de união à dentina também pode ser verificada através do teste de microtração (PASHLEY *et al.*, 1995), que possibilita a avaliação da resistência adesiva em áreas menores do que aquelas utilizadas pelo cisalhamento, contornando as desvantagens de se testar áreas maiores que podem conter falhas na adesão, como bolhas de ar, rugosidade superficial e uma película desigual de adesivo (TANUMIHARJA *et al.*, 2000). Para associar as vantagens da microtração aos testes de longevidade, SHONO *et al.* (1999) propuseram uma técnica de armazenamento do espécime já confeccionado, isto é, o armazenamento da

superfície adesiva de 1 mm<sup>2</sup> uma vez que os efeitos de hidrólise, aos quais está sujeita a superfície adesiva, seriam aumentados em uma área de união menor.

Dessa maneira, observando os fatores abordados acima seria importante avaliar o efeito do pré-tratamento dentinário com jateamento de óxido de alumínio no comportamento de sistemas adesivos autocondicionantes em relação à adesividade, com o passar do tempo.

## **2. REVISÃO DE LITERATURA**

### **Sistemas Adesivos**

O estudo pioneiro relacionado à microretenção ao tecido dental foi realizado por BUONOCORE, em 1955, e teve por objetivo aumentar a união de acrílicos ao esmalte dentário; com este intuito foram testados ácido fosfórico a 85% e ácido fosfomolibídico oxálico para tentar alterar quimicamente a superfície do esmalte. Os resultados demonstraram que a utilização de ácido fosfórico parece aumentar a força de união por criar microretenções, aumentando, assim a área da superfície do esmalte.

RETIEF, em 1973, teve por objetivo avaliar o efeito do condicionamento com ácido fosfórico na superfície do esmalte, para isto observou-se: - a microinfiltração entre a resina epóxica não polimerizada e o esmalte; - o ângulo de contato da resina nas superfícies do esmalte condicionado e não condicionado; - a interface entre a resina e o esmalte; - e o efeito do condicionamento ácido *in vivo*. Os estudos realizados *in vitro* foram feitos através de microscopia eletrônica de varredura. Os corpos de prova foram confeccionados com incisivos humanos cortados em blocos de 1 cm<sup>2</sup>; em seguida, as superfícies vestibulares dos mesmos foram condicionadas com ácido fosfórico a 50% por 60 segundos e preparadas

para avaliação em microscopia eletrônica de varredura. Para o estudo *in vivo* foram utilizadas superfícies vestibulares de pré-molares parcialmente condicionadas com ácido fosfórico a 50% por 60 segundos. Um dente foi extraído imediatamente após o tratamento e o dente contra lateral foi extraído após 14 dias. Para o estudo de microinfiltração foi utilizado o método de penetração de corante. O ângulo de contato da resina epóxica não polimerizada usada na formulação adesiva foi mensurado na superfície condicionada e não condicionada do esmalte. A observação dos espécimes através de microscopia eletrônica de varredura detectou um aumento na rugosidade superficial do esmalte após condicionamento ácido. No estudo *in vivo* detectou-se que a desmineralização do esmalte caracterizada na extração imediatamente após o condicionamento ácido, praticamente recuperou-se e voltou ao normal após 14 dias. O ângulo de contato entre a resina epóxica e o esmalte não condicionado foi ruim; percebeu-se que condicionar o esmalte produz íntimo contato entre o adesivo e a superfície condicionada. Não foi detectada microinfiltração através do teste utilizado. Concluiu-se que os benefícios do condicionamento ácido do esmalte são melhoras na adaptação e retenção do material.

PASHLEY, em 1991, descreveu as estruturas e funções do substrato dentinário ao qual se deseja aderir. Segundo o autor, a dentina caracteriza-se como um tecido poroso que contém líquido no interior dos

túbulos dentinários e provê suporte para o esmalte adjacente. Caso o selamento do esmalte ou cimento se percam por trauma ou cárie ou se os materiais restauradores não selarem adequadamente a dentina, a mesma organização que provê suporte, também oferece riscos; uma vez que sua estrutura contém canais preenchidos por fluidos que vão da periferia direto para a polpa; na maioria das vezes os túbulos dentinários permitem uma difusão bidirecional de substâncias endógenas e exógenas através da dentina. Ocasionalmente, o estímulo hidrodinâmico produzirá uma movimentação rápida dos fluídos dentinários e, conseqüentemente, causará dor. Os túbulos dentinários, presentes em grande quantidade na dentina profunda, próxima à polpa, unidos à umidade intrínseca da dentina prejudicam a ação dos sistemas adesivos ocasionando formação de fendas, microinfiltração, sensibilidade dentinária e irritação pulpar.

BARKMEIER & COOLEY, em 1992, avaliaram os sistemas adesivos de diversas gerações. Observaram através de testes de cisalhamento que a união de compósitos restauradores ao esmalte tem sido satisfatória e que a microinfiltração neste substrato está relativamente diminuída. Em dentina observaram que as primeiras gerações de sistemas adesivos tinham um desempenho inadequado com baixos valores de força de resistência ao cisalhamento e grande microinfiltração marginal. No entanto, as gerações mais recentes, que condicionavam a dentina com o intuito de remover a

*smear layer* e se unir diretamente à dentina subjacente desmineralizada, melhoravam consideravelmente os valores dos testes laboratoriais quando comparados àqueles encontrados nas gerações anteriores em relação à resistência ao cisalhamento e à microinfiltração.

VAN MEERBEEK *et al.*, em 1992, utilizaram microscopia eletrônica de varredura para avaliar a morfologia da superfície dentinária tratada com diversos sistemas adesivos. Discos de dentina foram extraídos de terceiros molares humanos, polidos e tratados com mais de vinte tipos de sistemas adesivos (número de discos por sistema adesivo =5). Os discos foram seccionados, embebidos em resina epóxica e sujeitos ao procedimento com íons argon que seletivamente condicionam o substrato e revelam suas estruturas. Assim, os espécimes foram preparados para observação em microscopia eletrônica de varredura com o intuito de observar a interface resina/dentina de cada sistema adesivo. A profundidade da descalcificação da superfície e a largura da camada de dentina impregnada por resina foram mensuradas. A microscopia eletrônica de varredura revelou três grupos distintos de sistemas adesivos, baseados no seu mecanismo de adesão. Um grupo de materiais removia a *smear layer* e produzia uma superfície de dentina impregnada por resina. Um segundo grupo de materiais preservou a *smear layer* e a resina penetrava-a para aderir micromecanicamente a dentina subjacente. O

terceiro grupo dissolvia parcialmente a *smear layer* e criava uma pequena camada de dentina impregnada por resina com *smear plugs* impregnados por resina. Os autores concluíram que a aplicação de sistemas adesivos produziu alterações estruturais na superfície dentinária. Para os sistemas adesivos que removiam a *smear layer*, uma camada retentiva entre resina e dentina chamada camada híbrida se formava unindo a dentina desmineralizada com a resina composta e também produzia proteção pulpar.

DUKE, através deste estudo realizado em 1993, desenvolveu uma revisão da odontologia adesiva da época. Descreveu as dificuldades da união à dentina e as características intrínsecas dos materiais resinosos que devem ser contornadas para se obter uma união dente/restauração razoável, como a contração de polimerização e diferenças no coeficiente de expansão térmica linear. Várias inovações são encontradas com o desenvolvimento dos sistemas adesivos que, através do *primer* composto pelo monômero HEMA, pode garantir uma melhora na união à dentina. A técnica de aplicação dos sistemas adesivos também ganhou importância visto a susceptibilidade dos mesmos a ela. Por fim, o autor descreveu a interação do cimento de ionômero de vidro com a resina composta.



FORTIN *et al.*, em 1994, verificaram a microinfiltração na interface dentina/restauração e a resistência ao cisalhamento de sete sistemas adesivos dentinários, e avaliaram a correlação destes dois fatores; uma vez que estes testes foram realizados no mesmo dente. Prepararam cavidades classe V na superfície vestibular de molares, com margens em esmalte e dentina, restauradas com a utilização dos sistemas adesivos: All Bond 2, Clearfil Liner Bond, Gluma 2000, Imperva Bond, OptiBond, Prisma Universal Bond 3, Scotchbond Multipurpose e o sistema Scotchbond Dual Cure foi usado como controle. A microinfiltração foi avaliada qualitativamente através do corante nitrato de prata. As superfícies linguais foram polidas e utilizadas para teste de cisalhamento realizado através de máquina universal de ensaio. Observaram que Clearfil Liner Bond e OptiBond obtiveram os maiores valores de resistência ao cisalhamento e, juntamente com Prisma Universal Bond 3, demonstraram a menor microinfiltração nas margens dentinárias. Não houve correlação significativa entre a resistência ao cisalhamento e microinfiltração.

SANO *et al.*, em 1994, objetivaram, através deste estudo, verificar se a matriz dentinária desmineralizada contribui para as características mecânicas da dentina. Para este fim, os autores utilizaram o teste de resistência a tração e verificaram o módulo de elasticidade da dentina mineralizada e desmineralizada. As unidades experimentais foram “palitos”

de dentina humana e bovina. Os resultados demonstraram que dentina coronária humana alcançou força de resistência à microtração em torno de 104 MPa e a dentina bovina, 91 MPa. O módulo de elasticidade das dentinas mineralizadas humana e bovina variaram entre 13 e 15 GPa, enquanto que os espécimes desmineralizados em EDTA obtiveram queda na força de resistência à microtração e no módulo de elasticidade. Dessa maneira, os resultados demonstraram que as fibras colágenas contribuíram em 30% na resistência à tração.

PASHLEY *et al.*, em 1995, desenvolveram um trabalho avaliando variáveis encontradas em testes laboratoriais com sistemas adesivos. As principais variáveis envolvidas em testes de adesividade à dentina são: o substrato, o condicionamento ácido, a aplicação do *primer* e do adesivo, o tempo de armazenamento e os diversos testes de avaliação. O substrato dentinário possui características individuais em suas diversas localidades: oclusal, proximal, na cervical da superfície radicular e isso influencia na capacidade adesiva deste substrato. A maneira com que o espécime é preparado deve buscar semelhanças com a atividade clínica, muitas vezes este procedimento é realizado através da utilização de lixas d'água, não refletindo o procedimento clínico; dessa maneira, deve-se conhecer a existência de uma correlação entre a rugosidade da superfície e a força adesiva. Em caso de utilização de pressão pulpar nos experimentos, os

autores recomendam a utilização de 15-33 cm H<sub>2</sub>O; apesar da pressão pulpar em humanos ser de 14 cm H<sub>2</sub>O, valores maiores simulam a pressão pulpar após o preparo cavitário. Atualmente, a maioria das fraturas ocorridas após a utilização de teste de cisalhamento são coesivas na dentina devido ao melhoramento dos sistemas adesivos (formação de camada híbrida). A resistência da dentina ao cisalhamento encontra-se por volta de 78±13 a 91,8±12,7 MPa, e a resistência da dentina ao teste de microtração 106±5,9 MPa. O teste de microtração reduziu a área adesiva avaliada em relação ao teste de cisalhamento e, desse modo, permite avaliação de diversos espécimes do mesmo dente, inclusive de diversas regiões da dentina; sua desvantagem consiste basicamente na dificuldade técnica de execução.

SWIFT, PERDIGÃO & HEYMANN descreveram o desenvolvimento da adesividade aos substratos dentários desde o condicionamento ácido em esmalte, descrito por Buonocore em 1955 até o ano de 1995. Citaram os benefícios da união ao esmalte e à dentina e o desenvolvimento dos sistemas adesivos incluindo microscopias eletrônicas de varredura da formação de camada híbrida, principal base de atuação dos sistemas adesivos, para união à dentina. Incluíram, neste estudo, os fatores relevantes a estudos laboratoriais uma vez que o desenvolvimento comercial de produtos odontológicos é muito grande dificultando trabalhos

clínicos. Ainda comentaram o desenvolvimento de restaurações indiretas de resina composta, em vista de melhorar as dificuldades clínicas das restaurações amplas posteriores e de problemas estéticos acentuados nos dentes anteriores, necessitando de facetas. Por fim, discutiram fatores relacionados à restaurações de amálgama adesivo e de cimento de ionômero de vidro modificado por resina composta.

FINGER & FRITZ, em 1996, avaliaram sistemas adesivos monocomponentes. Observaram a eficácia da união ao substrato dentário de cinco sistemas adesivos comerciais e um experimental. Foram investigados One-Step, Primabond, Prime & Bond 2.0, Solist, Tenure Quik e um adesivo experimental, e uma mesma resina composta híbrida foi utilizada para todos os procedimentos. A força de união foi avaliada pelo teste de cisalhamento após 24 horas da confecção das amostras que ficaram armazenadas em água. A interface foi avaliada em restaurações cilíndricas em dentina após 15 minutos da fotopolimerização através de microscópio de luz através de escores. Os resultados do teste de cisalhamento demonstraram uma média de resistência entre 23 a 35 MPa, em esmalte e 3,5 a 25 MPa, em dentina. Os sistemas One-Step e o adesivo experimental obtiveram a maior força de resistência ao cisalhamento e, com estes sistemas, não ocorreu formação de fendas marginais. Solist demonstrou pobre qualidade marginal (profundidade de 7,5 µm de fenda)

apesar de força de união submetida ao cisalhamento de 15 MPa. Primabond e Tenure Quik obtiveram baixa resistência ao cisalhamento em dentina. A camada híbrida encontrada para os sistemas avaliados variou entre 2 e 10µm. Após observação dos resultados, os autores concluíram que adesivos com componentes como monômeros hidrófilos, dimetacrilatos bem polimerizados e solventes com acetona têm bom desempenho quando utilizados em dentina úmida.

O objetivo desse estudo realizado por PERDIGÃO *et al.*, em 1996, foi investigar a interação de seis sistemas adesivos com a dentina *in vivo*. Os sistemas utilizados foram One-Step, Clearfil Liner Bond 2, Optibond, Permagen com ácido fosfórico a 10%, Permagen com ácido fosfórico a 35% e Prime & Bond 2.1. Realizaram cavidades Classe I oclusais em pré-molares indicados para extração devido à ortodontia, restauradas com os sistemas adesivos e com resinas compostas auto e fotopolimerizável. Após cinco minutos da realização da restauração os dentes foram extraídos e fixados em glutaraldeído a 2,5%. Em seguida, os mesmos foram desidratados, processados e preparados para microscopia eletrônica de varredura. As imagens demonstraram falhas entre a camada híbrida e o sistema adesivo para todos os sistemas adesivos e também, observou-se que alguns sistemas não formaram a zona de interdifusão com a dentina adequadamente.

Em 1997, GORDAN *et al.* avaliaram a força de resistência ao cisalhamento de dois sistemas adesivos autocondicionantes. Foram utilizados Clearfil Liner Bond 2 e Denthesive II com e sem condicionamento ácido; o grupo controle foi Scotchbond Multiuso usado somente com condicionamento ácido. Para realização do experimento, selecionaram 60 terceiros molares humanos, testados em esmalte e dentina. Uma matriz de 2,5 mm de diâmetro e a resina Silux Plus foram utilizadas, e a polimerização feita por 40 segundos. Os espécimes sofreram 500 ciclos térmicos e, em seguida, foram submetidos ao teste de cisalhamento. Os resultados demonstraram que, para esmalte, Denthesive II com condicionamento e Clearfil Liner Bond 2 sem condicionamento comportaram-se da mesma maneira e foram significativamente melhores do que Clearfil Liner Bond 2 com condicionamento, Scotchbond Multipurpose, Denthesive II sem condicionamento. Em dentina, a resistência ao cisalhamento dos grupos que utilizaram o sistema Clearfil Liner Bond 2 com e sem condicionamento, foi significativamente melhor que Denthesive II sem condicionamento.

SETTEMBRINI, SCHERER & KAIN, em 1997, compararam a microinfiltração na interface dente/restauração, utilizando um sistema adesivo monofrasco, Prime & Bond 2.1, um sistema adesivo

multicomponente, Probond, e um controle sem a utilização do sistema adesivo. Foram realizadas restaurações na junção cimento/esmalte de 30 dentes permanentes divididos em três grupos. A resina composta utilizada foi TPH. Em seguida às restaurações, os espécimes foram protegidos com duas camadas de esmalte para unha e sofreram 500 ciclos térmicos quando imersos em solução aquosa de fucsina básica. Os corpos-de-prova foram seccionados longitudinalmente e a microinfiltração qualificada por escores. Os resultados demonstraram que, em esmalte, não houve nenhuma diferença significativa na microinfiltração de nenhum dos grupos; no entanto, em dentina, o grupo controle (sem a utilização de sistema adesivo) obteve infiltração significativamente maior; não houve diferença significativa na microinfiltração comparando os grupos mono e multifrascos.

VAN MEERBEEK *et al.*, no início do ano de 1998, descreveram a grande evolução dos sistemas adesivos e avaliaram a atuação clínica dos mesmos. O desenvolvimento dos sistemas adesivos gerou vantagens sobre as restaurações não adesivas à estrutura dentária, tais como a não destruição de tecidos sadios para a retenção do material restaurador, a diminuição da microinfiltração na interface dente/restauração e, ainda, as restaurações adesivas distribuem melhor a tensão das forças mastigatórias através da interface aderida ao substrato dentário com o potencial de

reforçar estruturas dentárias enfraquecidas. A grande gama de possibilidades de utilização clínica de materiais monoméricos foram descritas pelos autores; dessa maneira, as restaurações aderidas podem ser utilizadas em dentes posteriores e anteriores. Os cimentos à base de resina podem ser utilizados em vários tipos de restaurações indiretas, restaurações adesivas, unir *brackets* ortodônticos ao esmalte e também como selante de fissuras. Os sistemas adesivos estão classificados em três categorias, dependendo do tratamento dado à *smear layer*: - sistemas adesivos que modificam a *smear layer* e a incorporam durante o processo de adesão, estes utilizam único passo (adesivo resinoso) e dois passos de aplicação (*primer* e adesivo); - sistemas adesivos que removem a *smear layer* através da utilização de condicionamento ácido, são encontrados em dois passos (condicionamento ácido, *primer* e adesivo em frasco único) e em três passos de aplicação (condicionamento ácido, *primer* e adesivo em frascos separados); e - sistemas adesivos que dissolvem a *smear layer*, envolvem dois passos de aplicação (*primer* autocondicionante e adesivo). Muitas variáveis clínicas influenciam na atuação destes sistemas como as características intrínsecas do material, as variáveis do substrato, a idade do paciente, a umidade dentinária. Apesar da evolução e da grande variedade de formas de utilização destas restaurações, nenhum dos sistemas adesivos foi capaz de selar a dentina de maneira a impedir a



microinfiltração e coloração de margens após algum tempo na cavidade oral.

Em 1998, foram realizados experimentos envolvendo sistemas adesivos autocondicionantes, como o de YOSHIYAMA *et al.*, que se propuseram a mensurar a força regional de resistência à tração (através do teste de microtração) em várias porções do dente humano (esmalte e dentina) e observar a interface resina/dentina, formada pela utilização de dois sistemas adesivos autocondicionantes, através de microscopia eletrônica de varredura. Foram utilizados 20 dentes posteriores para o teste de microtração; realizaram cavidades cuja extensão abrangia toda a superfície vestibular: esmalte, dentina coronária, dentina radicular cervical, média e apical. Os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2 e Fluoro Bond foram aplicados à superfície e, em seguida, aplicaram resina composta. Os corpos-de-prova foram seccionados no sentido do eixo axial do dente e os espécimes de 1mm<sup>2</sup> de área foram submetidos ao teste de tração em máquina de ensaio Instron. Observaram que os dois sistemas adesivos apresentaram maior força de resistência à tração na dentina coronária, dentina radicular cervical e média do que na dentina radicular apical e no esmalte. A avaliação em microscopia eletrônica de varredura demonstrou que a espessura da camada híbrida de ambos os sistemas autocondicionantes foi em torno de 1µm na dentina coronária, dentina

radicular cervical e média, e menos de 0,5µm na dentina radicular apical talvez devido à grande presença de dentina esclerótica nessa região.

BARKMEIER *et al.*, em 1999, verificaram a força de união de compósitos ao esmalte e dentina utilizando Prime & Bond 2.1, com três diferentes tipos de aplicação contendo de 4 a 7 passos de aplicação clínica, e utilizando ou não condicionamento ácido em dentina. Após os tratamentos as amostras sofreram termociclagem. O teste de cisalhamento foi utilizado para avaliar a força de união. Os resultados em esmalte variaram de 29,2 a 29,8 MPa e, em dentina, variaram de 18,6 a 21,3 MPa. Observaram que os valores de força de união ao esmalte foram significativamente maiores do que os da dentina. Verificaram, também, que as variações da técnica de aplicação clínica não implicaram em valores significativamente diferentes de força de união tanto em esmalte quanto em dentina e a utilização do condicionamento ácido em dentina não aumentou os valores de força de união.

Diferentes tipos de sistemas adesivos estão disponíveis no mercado oferecendo vantagens para os cirurgiões-dentistas. TANUMIHARJA BURROW E TYAS, em 2000 propusera-se a comparar, através de teste de microtração, sete sistemas adesivos, sendo três adesivos com três passos de aplicação (Solid Bom, EBS Multi e PermaQuick); dois adesivos de frasco único (One Coat Bond e Gluma One Bond) e dois sistemas adesivos

autocondicionantes (Prime & Bond NT/NCR e Clearfil Liner Bond 2V). Foram utilizados 28 terceiros molares divididos em sete grupos de acordo com cada sistema adesivo. Os espécimes foram preparados para o teste de microtração e, em seguida, observados em microscopia eletrônica de varredura para verificar o padrão de fratura. Os resultados demonstraram que os sistemas adesivos convencionais (3 passos de aplicação) não obtiveram médias de resistência à microtração diferentes dos sistemas de frasco único com exceção do PermaQuick (maiores valores de resistência a tração) e os sistemas autocondicionantes obtiveram médias de adesão significativamente maiores comparadas aos outros tipos de sistemas, exceto o PermaQuick. A avaliação do padrão de fratura demonstrou que os sistemas convencionais exibiram fraturas parcialmente coesivas no adesivo e parcialmente adesivas, enquanto que os sistemas autocondicionantes exibiram, na maioria dos casos, fraturas coesivas no adesivo. Por fim, os sistemas de frasco único demonstraram mais variações abrangendo fraturas adesivas, parcialmente adesivas e parcialmente coesivas no adesivo.

O estudo realizado por BOUILLAGUET *et al.*, em 2001, avaliou comparativamente dois sistemas adesivos convencionais (três passos clínicos), quatro sistemas de frasco único (*primer* e adesivo associados) e dois sistemas autocondicionantes (ácido e *primer* associados) através do

teste de microtração. As avaliações foram realizadas em dentina radicular de 30 incisivos bovinos. Cada sistema adesivo foi aplicado seguindo as recomendações dos fabricantes e utilizaram a resina composta Z100. Após o teste de microtração, os espécimes foram observados em microscopia eletrônica de varredura para avaliar o padrão de fratura. Os resultados demonstraram que somente o sistema adesivo Scotchbond Multiuso Plus (convencional) obteve médias de adesão à dentina bovina estatisticamente maiores; já os sistemas Optibond FL (convencional), Scotchbond 1 (frasco único), Clearfil Liner Bond 2V (autocondicionante), Prime & Bond NT (frasco único) e Prompt L-Pop (autocondicionante) comportaram-se estatisticamente da mesma maneira. As fraturas foram, em sua maioria, adesivas segundo as observações realizadas no microscópio eletrônico de varredura.

Alguns sistemas adesivos combinaram em um único frasco as funções de *primer* autocondicionante e do adesivo. Para avaliá-los, MIYAZAKI *et al.*, em 2001, utilizaram o teste de resistência ao cisalhamento em esmalte e dentina comparando-os com um compômero (Clicker) e com dois sistemas adesivos de dois passos de aplicação, sendo um autocondicionante (Fluoro Bond) e um convencional com utilização de ácido fosfórico (Single Bond). Os sistemas autocondicionantes de aplicação única utilizados foram Reactmer e One Up Bond F, aplicados com resinas

dos mesmos fabricantes em dentes bovinos, e avaliados 24 horas após a confecção dos espécimes que somaram 15 em esmalte e 15 em dentina, para cada sistema adesivo. Os resultados demonstraram que as médias de adesão dos sistemas adesivos de única aplicação foram semelhantes às médias do compômero Clicker, porém menores que as médias obtidas pelos sistemas adesivos de dois passos de aplicação tanto para esmalte quanto para dentina. Segundo os autores, o pH de sistemas de única aplicação deve ser ácido o suficiente para desmineralizar o esmalte e condicionar a dentina e, apesar de se buscar sistemas adesivos com técnicas mais simples e mais convenientes, sua eficácia para adesões estáveis devem ser demonstradas.

As resinas de baixa viscosidade possuem baixo módulo de elasticidade; assim especula-se que podem ser utilizadas como uma camada “elástica” entre a camada híbrida/sistema adesivo e a resina composta, capaz de absorver as tensões geradas durante a contração de polimerização dos compósitos. Baseados neste princípio, MONTES *et al.* (2001) mensuraram a resistência a tração entre resina e dentina bovina utilizando 3 resinas de baixa viscosidade em associação com um sistema adesivo sem carga e também com um sistema adesivo com carga aplicado em uma e duas camadas. Prepararam 120 incisivos bovinos para o teste de tração, divididos em 6 grupos: Grupo 1 – Single Bond; Grupo 2 – Single

Bond e resina Flow It; Grupo 3 - Single Bond e resina ProtectLiner F; Grupo 4 - Opti Bond Solo/1 camada de acordo com o fabricante; Grupo 5 - Opti Bond Solo/2 camadas fotoativadas individualmente; Grupo 6 - Single Bond e resina de baixa viscosidade experimental. O teste de tração foi realizado em máquina universal de ensaio em velocidade de 0,5 mm/min. As amostras fraturadas foram observadas em microscopia eletrônica de varredura para verificar o padrão de fratura. Segundo a análise de variância não ocorreram diferenças estatísticas significativas entre os grupos; no entanto, a presença de resinas de baixa viscosidade demonstrou variações consideráveis na análise do padrão de fratura, uma vez que as falhas ocorreram nas mesmas quando estavam presentes. Dessa maneira, segundo os autores, as resinas de baixa viscosidade atuam como uma camada capaz de absorver as tensões de contração de polimerização devido ao seu baixo módulo de elasticidade.

Com a intenção de avaliar o comportamento de sistemas adesivos autocondicionantes comparados aos sistemas convencionais que usam prévio condicionamento com ácido fosfórico, TOLEDANO *et al.*, em 2001, utilizaram o teste de resistência ao cisalhamento em esmalte e dentina e mensuraram o ângulo de contato em dentina superficial e profunda para verificar a molhabilidade dos sistemas adesivos. Os sistemas adesivos utilizados foram, autocondicionantes - Clearfil SE Bond e Etch & Prime 3.0

e também o sistema adesivo convencional Scotchbond Multi Purpose Plus. Para mensurar o ângulo de contato, em dentina média e profunda de terceiros molares humanos, a técnica “*Axisymmetric Drop Shape Analysis*” foi utilizada. O teste de cisalhamento foi aplicado em esmalte bovino e dentina superficial e profunda de terceiros molares humanos. Dessa maneira o sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose Plus obteve um ângulo de contato significativamente menor do que os sistemas autocondicionantes. Os sistemas adesivos autocondicionantes obtiveram ângulos de contato maiores e, por consequência, menor molhabilidade. Não ocorreram diferenças entre os adesivos autocondicionantes na mensuração do ângulo de contato. O teste de cisalhamento resultou em maiores forças de adesão para Clearfil SE Bond e Scotchbond Multi Purpose Plus em esmalte. Já em dentina, o sistema adesivo Clearfil SE Bond apresentou as maiores forças de adesão e não ocorreu diferença entre as médias dos sistemas Scotchbond Multi Purpose Plus e Etch & Prime 3.0. A profundidade dentinária não acarretou efeito significativo na adesão.

MIYAZAKI e colaboradores, em 2002, propuseram-se a avaliar o efeito de diferentes formas de aplicação de *primers* autocondicionantes na durabilidade da adesão ao esmalte bovino. Foram utilizados 450 incisivos bovinos e cinco sistemas adesivos; Imperva Flourobond; Mac Bond II;

Clearfil Liner Bond II; Clearfil SE Bond e Unifil Bond. Os sistemas foram aplicados de maneira “ativa” (esfregando) e “inativa” (sem esfregar) e foram submetidos ao teste de cisalhamento após o preparo da amostra, 3000 e 10000 ciclos de temperatura (5 e 55°C). As amostras foram observadas em microscopia eletrônica de varredura para verificar o padrão de fratura. A análise dos resultados demonstrou que ocorreram diferença nas médias de resistência à tração entre os sistemas adesivos. A aplicação “ativa” dos adesivos acarretou melhores médias de adesão; e ainda, a termociclagem as influenciou negativamente. Para os grupos que sofreram aplicação “ativa” dos sistemas adesivos o padrão de fratura predominante foi parcialmente coesiva no adesivo e parcialmente coesiva na resina; já para os grupos que sofreram aplicação “inativa” dos sistemas adesivos as falhas adesivas tenderam a aumentar, enquanto que as falhas coesivas no adesivo diminuíram com o aumento do número de termociclagens.

Com o objetivo de verificar os efeitos das propriedades físicas dos sistemas adesivos autocondicionantes na força de união à dentina, TAKAHASHI *et al.*, em 2002, desenvolveram esse trabalho. Os sistemas adesivos avaliados foram Clearfill SE Bond, Unifill Bond e Fluorobond (adesivos com carga) e Mac Bond II (sem carga). Foram selecionados 20 terceiros molares e preparados para o teste de microtração obtendo-se fatias em forma de ampulheta com área adesiva de aproximadamente 1



mm<sup>2</sup>. Após o teste de microtração os espécimes foram metalizados e observados em microscopia eletrônica de varredura para avaliar o padrão de fratura. As propriedades mecânica avaliadas foram: resistência à tração coesiva dos sistemas adesivos, nanodureza e módulo de Young. Para isso foram confeccionadas amostras com 0,7 mm de espessura em matriz de silicone. Os sistemas adesivos foram fotoativados por 60 segundos e armazenados secos por 24 horas em temperatura ambiente. Em seguida foi realizada análise de regressão para verificar se ocorreu correlação entre força de adesão e alguma das propriedades mecânicas avaliada. Os autores observaram que não ocorreu diferença entre a força de adesão dos quatro sistemas adesivos e a análise do padrão de fratura demonstrou uma combinação entre falhas coesivas no sistema adesivo e falhas na camada híbrida. Apenas ocorreu correlação entre a resistência a tração coesiva dos sistemas adesivos com a resistência a tração da adesão à dentina ( $R^2=0,77$ )  $p>0,05$ . A nanodureza e o módulo de Young apresentados pelos adesivos Clearfil SE Bond e Fluorobond foram significativamente maiores que os valores apresentados por Unifill Bond e Macbond II; no entanto não ocorreu correlação entre estas propriedades físicas e a força de união à dentina.

O objetivo desse trabalho realizado em 2002, por TAY *et al.*, foi verificar se o contato prolongado de resinas compostas, antes da fotoativação, com sistemas adesivos de aplicação única pode comprometer a força de união à dentina. Verificaram, também, se a presença ou ausência de água no substrato dentinário podem afetar a força de união quando a fotoativação da resina for atrasada. O trabalho foi dividido em três experimentos. No experimento 1, a dentina permaneceu hidratada e utilizaram 28 terceiros molares divididos em 7 grupos: 6 diferentes sistemas adesivos de aplicação única (One Up Bond F; Etch & Prime 3.0; Xeno CF Bond; AQ bond; Reactmer Bond; Prompt L-Pop) e um controle (All Bond 2 – 3 passos de aplicação). A resina Metafil CX foi utilizada para todos os sistemas adesivos. Cada grupo foi subdividido em 2 subgrupos: X-0: Realizaram a fotopolimerização da 1ª camada de resina de 1 mm de espessura imediatamente após sua inserção; e X-20. A primeira camada de resina permaneceu em contato com os sistemas adesivos por 20 minutos antes da fotoativação (X corresponde a cada sistema adesivo). O experimento 2 utilizou três dos seis sistemas adesivos de aplicação única (Etch & Prime 3.0; Xeno CF Bond e AQ Bond) escolhidos aleatoriamente. Os dois dentes utilizados para cada sistema adesivo foram primeiramente desidratados em soluções de etanol para obter-se um substrato dentinário completamente livre de água. Em seguida, os mesmos passos dos subgrupos do experimento 1 foram repetidos. Finalmente, o experimento 3

repetiu os passos do experimento 1 utilizando os sistemas Etch & Prime 3.0; Xeno CF Bond e AQ Bond; no entanto, a resina Metafil CX foi pré-polimerizada em tamanho 4x2 cm e aderida ao dente através de uma camada de resina não polimerizada sobre o adesivo polimerizado. Todas as amostras foram seccionadas em fatias para o teste de microtração. Após a fratura os espécimes foram avaliados em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados demonstraram que a adesão à dentina hidratada quando a polimerização da resina é atrasada diminui significativamente para os adesivos de aplicação única. O mesmo não ocorreu quando a dentina é desidratada ou quando a resina processada foi aderida à dentina. Os autores concluíram que o sistema adesivo de aplicação única deve atuar como uma membrana semi-permeável que permite a difusão de água da dentina para a zona de união entre o adesivo e a resina composta não polimerizada.

TAY e colaboradores, em 2002, propuseram-se a avaliar, através de microscopia eletrônica de transmissão, a extensão da penetração de corantes na interface formada por 4 sistemas adesivos a dentina, utilizando uma solução modificada de nitrato de prata. Foram avaliados 3 sistemas autocondicionantes – 2 passos de aplicação (Imperva Fluoro Bond, Unifil Bond e ABF sistema adesivo experimental) e 1 sistema auto-condicionante de aplicação única (AQ Bond). Os sistemas foram aplicados

em dentina oclusal de terceiros molares e confeccionaram uma “coroa” de resina Protect Liner F. Em seguida, as amostras foram seccionadas em fatias de 8 mm de espessura. Metade dos espécimes foram imersos em solução amoníaca de nitrato de prata (pH=9,5) por 24 horas após terem sido cobertas com uma camada de esmalte para unhas, exceto na interface. Então, foram imersos em solução reveladora por 8 horas. A outra metade dos espécimes permaneceu armazenada em água para controle. As amostras foram preparadas para observação em microscopia eletrônica de transmissão. As imagens demonstraram ausência de fendas que pudessem possibilitar microinfiltração. Os sistemas de dois passos de aplicação apresentaram infiltração de corante somente na camada híbrida e o sistema de única aplicação AQ Bond apresentou maior infiltração de corante tanto na camada híbrida quanto no adesivo. Os autores concluíram que o depósito de corantes encontrado nas camadas híbridas dos sistemas autocondicionantes podem representar áreas de aumento de permeabilidade na matriz resinosa onde pode haver excesso de água remanescente da dentina ou da composição do adesivo, resultando em regiões de incompleta polimerização ou de formação de hidrogel.

TAY, PASHLEY & YOSHIYAMA, em 2002, avaliaram duas diferentes soluções de nitrato de prata para verificar a nanoinfiltração em quatro sistemas adesivos de única aplicação. Os sistemas utilizados foram Prompt

L-Pop, Etch & Prime 3.0, One Up Bond F e Reactmer Bond, os mesmos foram aplicados em dentina oclusal profunda de terceiros molares e uma “coroa” de resina Protect Liner F foi confeccionada. Em seguida obtiveram, através de cortadeira de alta precisão, fatias de 0,9 mm de espessura que após serem protegidas com esmalte para unhas com exceção da interface, foram imersas em soluções de nitrato de prata convencional (pH=4,2) e amoníaca (pH=9,5) por 24 horas. Seguido a este procedimento, as amostras foram imersas em solução reveladora por 8 horas e examinadas em microscopia eletrônica de transmissão. As imagens de microscopia revelaram que as espessuras de camada híbrida formadas pelos sistemas Prompt L-Pop e Etch & Prime 3.0 demonstraram espessura entre 4 e 5  $\mu\text{m}$ ; já os adesivos One Up Bond F e Reactmer apresentaram espessura de camada híbrida entre 0,75 e 1  $\mu\text{m}$ . Os espécimes imersos em solução de nitrato de prata convencional exibiram um modo reticular de infiltração de corante na interface resina/dentina, enquanto que a infiltração nos espécimes imersos em solução amoníaca de nitrato de prata consistiam em pequenos e isolados pontos dispersos entre o adesivo e a camada híbrida. Os autores concluíram que ocorreu nanoinfiltração independentemente da solução de nitrato de prata utilizada.

A relação existente entre força de adesão à dentina e infiltração na interface resina/dentina ainda não foi claramente entendida, por essa

razão GUZMÁN-ARMSTRONG, ARMSTRONG & QIAN, em 2003, desenvolveram este trabalho com o intuito de demonstrar a correlação entre a força de resistência à microtração e à nanoinfiltração, no mesmo espécime, utilizando dois sistemas adesivos de condicionamento total (Optibond FL e Scotchbond Multipurpose) e um sistema auto-condicionante com dois passos de aplicação (Clearfil SE Bond). O teste de microtração foi realizado em dentina oclusal lisa de terceiros molares humanos. Após o seccionamento das amostras já preparadas em fatias, aplicaram esmalte para unhas em toda a superfície, exceto na interface, e os espécimes foram, então, imersos em nitrato de prata a 50% por 15 minutos. Em seguida, as amostras foram imersas em solução reveladora por 12 horas. Após 72 horas aplicaram o teste de microtração e a porcentagem de penetração do corante foi determinada na interface de todos os espécimes utilizando microscópio de luz. Baseados no teste de correlação de Spearman, os resultados não demonstraram evidência significativa de correlação entre os testes para todos os sistemas adesivos utilizados. A maior força de adesão (36 MPa) e a menor porcentagem de penetração de corante foi obtida pelo sistema adesivo Clearfil SE Bond.

Os autores TAY & PASHLEY, em 2003, utilizaram microscopia eletrônica de transmissão para avaliar a presença de água incorporada a camada híbrida formada por sistemas adesivos de frasco único

(condicionamento ácido total) e adesivos de aplicação única autocondicionantes. Foram realizadas amostras em dentina oclusal profunda de terceiros molares, utilizando os sistemas adesivos de frasco único, Single Bond, Excite e PQI e os autocondicionantes, Prompt L-Pop, Reactmer e o experimental RZ II. Em esmalte, utilizaram os sistemas Single Bond e Prompt L-Pop. As amostras foram imersas em nitrato de prata convencional e tamponado por 24 horas. As avaliações demonstraram presença de corante ao longo da base da camada híbrida dos sistemas adesivos com condicionamento ácido total. Observaram, também, depósitos de corante em forma de “árvore” partindo da superfície da camada híbrida. A nanoinfiltração também ocorreu nos sistemas adesivos autocondicionantes em formato de “árvore” próximo da junção da camada híbrida e do sistema adesivo. Os autores identificaram a presença de defeitos (“water-trees” conectados entre si) e de potenciais defeitos (pontos de corantes isolados) nas camadas adesivas que podem ser atribuídos a incorporação de água. As conseqüências destes defeitos seriam pequenas se eles permanecessem estáticos com o passar do tempo; no entanto, os mesmos constituem-se potenciais canais de degradação hidrolítica.

## **Jateamento da superfície dentinária**

O jateamento de superfícies metálicas com óxido de alumínio é amplamente utilizado para aumentar as irregularidades das mesmas e, conseqüentemente, melhorar a união de cimentos durante a fixação de peças protéticas. Baseados nesses achados, os autores LOS & BARKMEIER, em 1994, desenvolveram um trabalho para testar se os efeitos de técnicas abrasivas, na superfície da dentina, podem melhorar o desempenho de sistemas adesivos. Foram utilizados 180 terceiros molares, seis sistemas adesivos (All Bond 2, Prisma Universal Bond 3, Scotchbond Multi-Purpose, Tenure Solution, Amalgambond e Mirage ABC) e três tratamentos de superfície (Jateamento com óxido de alumínio com partículas de 50 µm, jateamento com hidroxiapatita - 20 a 40 µm e controle sem jateamento). Foram preparadas amostras em dentina na superfície vestibular para o teste de cisalhamento. A resina AP.H foi utilizada para todos os sistemas adesivos. Utilizou-se microscopia eletrônica de varredura para analisar as características das superfícies dentinárias jateadas. Os resultados demonstraram que os tratamentos de superfície não melhoraram o desempenho dos sistemas adesivos; no entanto, as imagens de microscopia observaram que o jateamento de óxido de alumínio aumentou o número de fraturas coesivas em dentina. Os autores concluíram que o jateamento com óxido de alumínio aumentou as



irregularidades dentinárias apesar de não ter efeito na força de adesão dos sistemas adesivos.

O objetivo deste estudo realizado em 1995, por ROEDER *et al.*, foi determinar o efeito da abrasão a ar, utilizando dois tamanhos de partículas abrasivas, na resistência à tração de um sistema restaurador adesivo (Optibond/Herculite XRV) ao esmalte e à dentina. Os tratamentos realizados em 3<sup>os</sup> molares foram: controle: abrasão da superfície de esmalte ou dentina com lixa de carbureto de silício granulação 600; Grupo 1: Jateamento com óxido de alumínio 27 ou 50 $\mu$  sem condicionamento ácido (esmalte) ou sem *primer* (dentina) e sem adesivo; Grupo 2: Jateamento com óxido de alumínio 27 ou 50 $\mu$  sem condicionamento ácido (esmalte) ou sem *primer* (dentina) e com adesivo; Grupo 3: Jateamento com óxido de alumínio 27 ou 50 $\mu$  com condicionamento ácido (esmalte) ou com *primer* (dentina) e com adesivo. Os resultados do teste de tração realizado em máquina universal de ensaio demonstraram que as melhores médias de resistência à tração, tanto para esmalte quanto para dentina ocorreram quando realizou-se jateamento de óxido de alumínio associado a aplicação de condicionamento ácido (esmalte) ou *primer* (dentina) e sistema adesivo. Não houve influência do tamanho das partículas abrasivas na força de união.

Em 1997, RINAUDO, COCHRAN & MOORE avaliaram os efeitos do jateamento de óxido de alumínio na força de resistência ao cisalhamento de um ionômero de vidro modificado por resina e de dois sistemas adesivos, variando também a pressão do jateamento em 120 e 160 psi. Os sistemas utilizados foram Fuji II LC, One Step e Scotchbond MultiPurpose Plus e a resina Herculite XRV como material restaurador para os sistemas adesivos. Foram dispostos 225 terceiros molares livres de cárie para os teste de cisalhamento. Prepararam uma superfície lisa na oclusal através do abrasionamento com lixas expondo uma área de 5 mm para acomodar o material adesivo. Os dentes, em seguida, foram montados em cilindros de resina acrílica. Para cada sistema restaurador foram 5 tratamentos: 1- controle - com condicionamento; 2 - 120 psi, sem condicionamento; 3 - 160 psi, sem condicionamento; 4 - 120 psi, com condicionamento e 5 - 160 psi, com condicionamento. Ao todo formaram 15 grupos com 15 espécimes cada. O teste de cisalhamento foi realizado em máquina universal de ensaio com uma velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados para o ionômero de vidro modificado por resina Fuji II LC demonstraram que o grupo controle obteve maiores médias adesivas; e os espécimes que sofreram condicionamento ácido também demonstraram maior força de resistência ao cisalhamento do que os espécimes não condicionados. O sistema adesivo One Step obteve maiores médias de adesão nos grupos em que foi utilizado condicionamento ácido e as médias foram melhores nos

grupos controle e jateamento a 120 psi. Também o sistema adesivo Scotchbond MultiPurpose Plus obteve melhores resultados de força adesiva no grupo controle e nos grupos condicionados com ácido fosfórico. Os autores concluíram que a utilização do jateamento de óxido de alumínio só foi efetiva associada ao condicionamento ácido; no entanto, esta atuação não foi melhor comparada ao grupo controle, isto é, quando somente o condicionamento ácido foi utilizado.

HANNING & FEMERLING, em 1998, realizaram esse trabalho com o intuito de avaliar a influência do jateamento de óxido de alumínio no selamento da interface entre compósito e dentina em restaurações localizadas em superfícies lisas de dentina envolvidas por esmalte. As superfícies lisas de dentina envolvidas por esmalte foram conseguidas a partir da remoção da incisal de 324 dentes anteriores humanos polidos com lixa abrasiva. Formaram-se nove grupos com 36 espécimes cada e restaurados com seis tipos diferentes de resina composta. A restauração dos espécimes foi realizada em esmalte e dentina em três séries experimentais (1 – sem aplicação de sistemas adesivos; 2 - com aplicação de sistemas adesivos e 3 – associação de termociclagem). O tratamento do esmalte nos grupos 1, 4 e 7 foi com condicionamento ácido; nos grupos 2, 5 e 8 realizaram jateamento de óxido de alumínio e nos grupos 3, 6 e 9 utilizaram a associação de condicionamento ácido e jateamento. Em

dentina nos grupos 2 e 3 realizaram apenas jateamento de óxido de alumínio; nos grupos 4 e 7 aplicaram apenas sistema adesivo e nos grupos 5, 6, 8 e 9 associaram sistema adesivo e jateamento de óxido de alumínio. Os grupos 7, 8 e 9 sofreram termociclagem em esmalte e dentina. A união interna foi avaliada em secções transversais da interface resina/dentina. Todos os espécimes foram cortados transversalmente no sentido mésio-distal em duas metades e em seguida realizaram réplicas das superfícies polidas. As réplicas de resina epóxica foram observadas em microscopia eletrônica de varredura. A avaliação da interface resina/esmalte foi qualitativa, verificando presença ou ausência de fendas. Os resultados demonstraram que a não utilização de sistemas adesivos ou de jateamento de óxido de alumínio acarretou em presença de fenda em toda a extensão da interface (grupo 1). Os melhores resultados foram obtidos pelos grupos 5 e 6 nos quais a superfície da dentina foi jateada com óxido de alumínio antes da aplicação dos sistemas adesivos. A termociclagem causou significativo aumento na formação de fenda na interface dentina/resina. As observações microscópicas da interface esmalte/resina revelaram uma adaptação insuficiente em alguns espécimes dos grupos com jateamento sem condicionamento ácido; já os espécimes de todos os outros grupos demonstraram interfaces livres de fenda marginal. Os autores concluíram que a associação de jateamento de óxido de alumínio com a utilização de

sistemas adesivos dentinários representa um método efetivo para reduzir a formação de fendas na interface resina composta/dentina.

Em 1999, COLI e colaboradores desenvolveram esse trabalho como intuito de investigar os efeitos de pré-tratamentos dentinários na força de resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos aplicados em diferentes sítios da dentina (dentina cervical e lateral). Objetivaram, também, avaliar se a rugosidade da superfície da dentina é dependente dos pré-tratamentos, e observação em microscopia eletrônica de varredura. Foram utilizados cinco pré-tratamentos: EDTA 0,2%; ácido fosfórico a 10%; ácido fosfórico a 10% e posterior imersão em solução de collagenase; jateamento com óxido de alumínio e seguinte aplicação de EDTA 0,2% e grupo controle, sem aplicação de pré-tratamentos. Cilindros de resina composta Z100 foram aderidos a dentina após a aplicação do sistema All Bond 2 e testados em máquina universal de ensaio, através do teste de cisalhamento. Para a avaliação da rugosidade com um porfilômetro ótico, utilizaram 12 espécimes de cada tratamento e quatro foram também avaliados em microscópio eletrônico de varredura. Os resultados demonstraram que não ocorreram diferenças nas médias de adesão entre os diferentes sítios dentinários com exceção do grupo aplicado ácido fosfórico e posterior imersão em solução de collagenase. As médias de resistência de união à dentina cervical demonstraram diferenças entre os

pré-tratamentos; porém, em dentina lateral não houve diferença estatística significativa entre as médias de resistência ao cisalhamento. Somente as superfícies tratadas com ácido fosfórico a 10% e posterior imersão em solução de collagenase causaram maior rugosidade na superfície dentinária comparadas aos que os outros tratamentos.

Esse estudo, realizado por FRAUNHORFER *et al.* em 2000, comparou diferentes técnicas de preparo cavitário através de microinfiltração. Foram realizadas cavidades Classe V em 48 pré-molares utilizando quatro técnicas: 1 – brocas carbide de tungstênio seguida de ataque ácido; 2 – jateamento de óxido de alumínio (27 $\mu$ m) seguido de ataque ácido; 3 – jateamento de óxido de alumínio (50  $\mu$ m); 4 - jateamento de óxido de alumínio (27 $\mu$ m). Todas as cavidades foram restauradas com Prime & Bond 2.1 e com Tetric Flow. Para verificação de microinfiltração os espécimes foram imersos em nitrato de prata a 50% por duas horas e, em seguida, colocados em solução reveladora também por duas horas. Os grupos preparados com brocas carbide e jateamento de óxido de alumínio seguidos de condicionamento ácido demonstraram menor microinfiltração do que os outros. Os autores concluíram que o condicionamento ácido da estrutura dental deve ser sempre realizado previamente a qualquer procedimento adesivo independentemente da técnica de preparo cavitário utilizada.

O tratamento dentinário prévio a aplicação de sistemas adesivos tem sido estudado com o intuito de aprimorar a adesão. Os autores PILO *et al.*, em 2001, avaliaram o efeito da aplicação prévia na dentina de duas soluções desinfetantes, de uma solução de HEMA, de uma combinação de solução de HEMA e desinfetante e, ainda, o efeito de abrasão a ar na resistência ao cisalhamento de dois sistemas adesivos (One Step e Prime & Bond 2.1). Foram utilizados 167 terceiros molares humanos preparados para o teste de cisalhamento. Todos os tratamentos dentinários foram realizados após a aplicação de ácido fosfórico a 37%, com exceção do jateamento de óxido de alumínio aplicado previamente ao condicionamento ácido. Para cada sistema adesivo foram utilizados seis tratamentos: 1 – controle, somente o sistema adesivo; 2 – Consepsis (digluconato de clorexidina 2%); 3 – Tubilicid (EDTA 2% e 1% cloreto de benzilconium); 4 – Aqua Prep (HEMA 35%); 5 – mistura de Aqua Prep e Tubilicid na proporção 1:1 e 6 – jateamento de óxido de alumínio granulação 50µm com pressão 85 psi. Após a confecção dos espécimes os mesmos sofreram 1000 ciclos térmicos a 5°C e 55°C e armazenados a 37 °C em umidade absoluta por 6 semanas. Os resultados do teste de cisalhamento, para o sistema adesivo Prime & Bond 2.1, demonstraram que o tratamento com Aqua Prep obteve médias (24,9 MPa) significativamente maiores do que os outros tratamentos dentinários. Em relação ao sistema adesivo One Step, o

tratamento com Clorexidina 2% (Consepsis) demonstrou maiores média de adesão comparadas ao controle e aos tratamentos com jateamento de óxido de alumínio e combinação Aqua Prep e Tubilicid; no entanto, não ocorreu diferença estatística significativa em relação aos tratamentos com Aqua Prep e Tubilicid utilizados separadamente. Os autores concluíram que dependendo do sistema adesivo utilizado soluções desinfetantes e umectantes podem ter efeito positivo em aprimorar a adesão à dentina humana.

CHAVES, GIANINNI E AMBROSANO (2002) avaliaram o efeito de pré-tratamentos dentinários (condicionamento ácido, EDTA (ácido etileno diamino tetracético) e jateamento de óxido de alumínio) em três sistemas adesivos (Prime & Bond NT, Clearfil Megabond, Etch & Prime 3.0). Foram utilizados terceiros molares humanos e todos os sistemas adesivos foram aplicados com e sem os pré-tratamentos dentinários. As amostras foram submetidas ao teste de microtração em máquina universal de ensaio. Os resultados demonstraram que não ocorreram diferenças nas médias de resistência adesiva dos sistemas adesivos entre os diferentes pré-tratamentos; no entanto, ocorreram diferenças entre as médias de resistência à tração dos sistemas adesivos. A maior força de adesão foi obtida pelo sistema Clearfil e pelo sistema Etch & Prime 3.0.



## **Longevidade de Sistemas Adesivos**

GOODIS e colaboradores, em 1993, estudaram os efeitos do tempo e das soluções de armazenamento na permeabilidade e força adesiva da dentina. Terceiros molares (n=20) foram armazenados em etanol 70%; formalina 10%; água destilada; água destilada com timol e solução salina de fosfato tamponada, com timol. A permeabilidade dentinária e a força adesiva (através do teste de cisalhamento) foram avaliadas nos períodos 8, 15 dias e 6 meses. O teste estatístico demonstrou que a permeabilidade dentinária é afetada em função do tempo e da solução de armazenamento, aumentando nas soluções de em etanol 70 % e formalina 10%. A solução salina resultou em decréscimo da permeabilidade dentinária com o passar do tempo e afetaram a força adesiva. Os autores concluíram que as condições de armazenamento afetam significativamente os procedimentos adesivos em substrato dentinário.

Em 1994, GWINNETT & YU avaliaram a longevidade da união de sistemas adesivos a estrutura dental e microinfiltração. Os autores utilizaram os sistemas adesivos All Bond 2 e Amalgambond com a resina P50. Foram dispostos 4 grupos com 10 molares cada para o teste de cisalhamento avaliados após 24 horas da preparação dos espécimes e após 6 meses de armazenamento em água a 37°C. Da mesma maneira,

prepararam quatro grupos (n=10) para avaliar microinfiltração qualitativamente; assim, confeccionaram restaurações Classe V com margens em esmalte e dentina e as avaliações foram realizadas após os mesmos tempos de imersão. A fenda marginal também foi avaliada utilizando impressões de polivinil siloxano. Os resultados demonstraram diminuição significativa da força de adesão após 6 meses para os dois sistemas adesivos (All Bond 2 24 horas – 32,68 e 6 meses – 23,29; Amalgambond 24 horas – 26,02 e 6 meses – 12,90). Não ocorreu infiltração marginal em nenhum espécime; da mesma maneira houve ausência de fenda nas margens das restaurações, porém ocorreu presença freqüente de fendas na parede axial das restaurações com amalgambond e com menos freqüência com All Bond 2. Os autores atribuíram o decréscimo nos valores de adesão à hidrólise de fibras colágenas desmineralizadas e não infiltradas pelo adesivo.

Esse estudo de longevidade realizado por BURROW, SATOH & TAGAMI, em 1996, objetivou avaliar a resistência à tração de um sistema adesivo utilizado com ou sem *primer*, em um período de 3 anos. Foram utilizados 100 dentes bovinos preparados para o teste de resistência à tração. Após a aplicação do condicionamento ácido, realizaram o tratamento superficial da dentina em dois níveis: com e sem aplicação do *primer* SA (3% N-metacriloí e ácido 5 aminosalicílico) utilizado ou não com

o sistema adesivo Clearfil Photo Bond. A força de resistência à tração foi mensurada 24 horas, 3, 6 meses, 1 e 3 anos a partir da confecção dos espécimes. Durante o período de armazenamento os espécimes já preparados ficaram imersos em solução de água deionizada contendo bactericidas. Os resultados demonstraram que a força de resistência à tração não diminuiu para os espécimes confeccionados sem a utilização do *primer*, durante todo período avaliado. Já para os espécimes tratados com prévia utilização do *primer* ocorreu diminuição da força adesiva entre os períodos de 1 e 3 anos de avaliação. Os autores também observaram, através da análise do padrão de fratura, que o grupo não tratado com *primer* obteve grande parte de fraturas adesivas. A microscopia eletrônica de varredura dos espécimes tratados com *primer* demonstraram maiores diferenças no padrão de fratura nos períodos de 1 a 3 anos, as quais passaram de coesiva no adesivo para adesivas, demonstrando uma possível hidrólise na interface resina/dentina como também a degradação do adesivo.

FERRACANE, MITCHEM & ADEY, em 1998, realizaram esse trabalho para avaliar a microinfiltração *in vitro* de sistemas adesivos contendo flúor. Foram realizadas Classes V na junção cimento/esmalte (margens em esmalte e dentina) nas superfícies lingual e vestibular de terceiros molares. Metade das restaurações foram realizadas com o sistema adesivo

Scotchbond Multipurpose e a outra metade com um sistema contendo flúor. Após trinta dias de armazenamento em água a 37°C, as amostras foram coradas com nitrato de prata, seccionadas e avaliadas qualitativamente através de escores. Os resultados demonstraram que a microinfiltração tanto em esmalte quanto em dentina foi semelhante para os dois sistemas adesivos.

SANO *et al.* (1999), propuseram-se a avaliar a durabilidade da adesão entre resina e dentina utilizando sistemas autocondicionantes. Este estudo *in vivo*, de um ano, avaliou a durabilidade da adesão resina/dentina na cavidade oral, e também a possibilidade de mudanças morfológicas na interface adesiva com o passar do tempo. Cavidades classe V rasas foram preparadas em 12 dentes intactos de uma espécie de macaco japonês. As cavidades foram restauradas com a utilização de um adesivo auto-condicionante, Clearfil Liner Bond II e resina composta Clearfil Photo Posterior. Os dentes foram restaurados um ano, seis meses e um dia antes da morte do animal. Em seguida, os espécimes foram submetidos ao teste de microtração e também foram observados em microscopia eletrônica de varredura para verificar o padrão de fratura. A força de união observada foi estável e de, aproximadamente, 19 MPa durante um ano de teste. A microscopia eletrônica de varredura das amostras demonstrou porosidades no topo da camada híbrida e no adesivo

resinoso que aumentavam com o tempo. De acordo com os as imagens de microscopia, a porção mais fraca da camada híbrida é a resina presente nos espaços interfibrilares, e não a resina envolvida nas fibras colágenas. Devido a isso os autores especularam que a camada híbrida é o elo mais fraco na união à dentina pois, provavelmente ela é susceptível a hidrólise.

A longevidade da união de sistemas adesivos a dentina foi avaliada nesse trabalho de SHONO *et al.*, em 1999, que pretendiam verificar se, armazenando diretamente os espécimes (palitos) já preparados, a degradação da interface adesiva seria acelerada. Foram utilizados três sistemas adesivos MacBond, Clearfil Liner Bond 2 (autocondicionantes) e One Step aplicados em dentina superficial e profunda e avaliados através do teste de microtração. Realizaram seis grupos com três terceiros molares humanos cada, constituindo um total de 20 palitos por dente; dez palitos de cada grupo foram utilizados para microscopia eletrônica de varredura. O grupo controle foi realizado com pares de cilindros (6mm de diâmetro) de resina pré-polimerizada que foram aderidas com o sistema adesivo One Step. O teste de microtração foi aplicado após 24 horas da confecção do espécime e após 90 dias de armazenamento em solução de soro fisiológico contendo penicilina e estreptomicina com pH neutro. Os resultados demonstraram que a maior resistência à tração foi obtida pelo sistema adesivo MacBond em dentina superficial em 24 horas, mas esse valor

diminuiu após 90 dias. As médias dos sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2 e One Step não se alteraram entre as avaliações de 24 horas e 90 dias para dentina superficial; no entanto, diminuíram muito para dentina profunda no mesmo período. Em geral, as médias de resistência à tração em dentina superficial foram significativamente maiores do que as médias em dentina profunda. No grupo controle não ocorreu diferença significativa entre as médias de adesão avaliadas em 24 horas e 90 dias. Os autores especularam que, baseados nos resultados, o armazenamento de espécimes com pequenas áreas de adesão aparentemente aceleram a degradação da interface de união dentina/resina.

Poucos trabalhos avaliam o comportamento de sistemas adesivos com relação à longevidade *in vivo*. Devido a isso, HASHIMOTO *et al.*, em 2000, publicaram esse estudo em que avaliaram o comportamento do sistema Scotchbond Multipurpose aplicado em molares decíduos, após 1, 2 e 3 anos da confecção da restauração. Foram confeccionadas restaurações Classe I em molares decíduos e, em cada tempo pré-determinado, seguindo a exfoliação, os mesmos foram extraídos e cortados em fatias para avaliação da resistência à microtração. Em seguida, todos os espécimes fraturados foram observados em microscopia eletrônica de varredura. Através dos resultados obtidos, observaram decréscimo estatisticamente significativo da resistência à tração com o passar do

tempo. As imagens obtidas pela microscopia demonstraram um aumento na quantidade de fraturas em dentina desmineralizada após três anos; dessa maneira, os autores concluíram que há degradação da interface resina/dentina após o envelhecimento das restaurações na cavidade oral.

O estudo de KITASAKO *et al.* em 2000 teve como objetivo avaliar a influência dos meios de armazenamento na durabilidade da adesão de três agentes de fixação resinosos (Panavia 21, Bistite e Masa Bond) à dentina bovina. Os autores avaliaram os meios de armazenamento: água trocada todos os dias ou não e solução salina tamponada trocada toda semana ou não trocada; ambos foram avaliados por um ano. O teste de resistência ao cisalhamento demonstrou que as médias de adesão foram menores para os grupos nos quais os meios de armazenamento foram trocados constantemente; embora não tenha ocorrido diferença entre as duas soluções avaliadas. Como conclusão, os autores observaram que a água caracteriza-se uma solução de armazenamento simples e barata para ser usada em estudos de durabilidade de adesão e sua troca constante pode ser útil em acelerar a degradação da interface de união de sistemas adesivos.

HASHIMOTO *et al.*, em 2001, realizaram um estudo para avaliar, através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), o comportamento *in*

*vivo* do sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose por vários anos. Foram realizadas restaurações Classe II em primeiros molares decíduos afetados por cáries. Após a esfoliação (14, 38, 40 meses) dos mesmos, as restaurações foram seccionadas perpendicularmente e a interface observada em MEV, o controle foi realizado *in vitro* em dentes já extraídos por razões ortodônticas. As imagens demonstraram alterações morfológicas como deterioração da camada híbrida e das fibras colágenas e as fendas ocorreram mais freqüentemente na face cervical das restaurações. Os autores especularam que a força de contração de polimerização pode ter favorecido para formação de fendas, assim como os procedimentos para MEV. Segundo eles, parece ocorrer uma degradação das estruturas de união após um certo período de tempo na cavidade oral.

Para avaliar a durabilidade da adesão a dentina de sistemas adesivos nos períodos de 24 horas, 3, 6 e 12 meses, LI, BURROW & TYAS, em 2001, realizaram esse trabalho de verificação de nanoinfiltração em quatro sistemas adesivos (Single Bond, Stae, Clearfil SE Bond e Permaquick). Os sistemas foram utilizados em dentina oclusal cobertos por uma camada de 1mm de resina Silux Plus, e armazenados em solução tampão e salina de fosfato contendo antimicrobianos e estabilizadores de pH. Em cada tempo pré-determinado os espécimes foram cobertos com esmalte para unhas exceto na interface e expostos a solução de nitrato de



prata a 50% por 24 horas e, em seguida, imersos em solução reveladora por oito horas. Então, realizaram 3 cortes longitudinais que foram preparados para microscopia eletrônica de varredura. O depósito de nitrato de prata aumentou para todos os sistemas adesivos com o passar do tempo. Os autores especularam que a degradação das interfaces de união pode ocorrer devido ao ataque hidrolítico.

Com a intenção de verificar se há correlação entre força de união dentina/resina e nanoinfiltração na camada híbrida, os autores OKUDA *et al.*, em 2001, avaliaram dois sistemas adesivos de frasco único (Single Bond e One Step) realizando as duas avaliações (microtração e nanoinfiltração) no mesmo espécime num período de nove meses. Foram utilizados dez terceiros molares para cada sistema adesivo que foram aplicados de acordo com a recomendação do fabricante em uma superfície lisa de dentina média, obtida através de abrasão de lixa de carbureto de silício de granulação 600 e, em seguida, confeccionaram uma coroa de resina Clearfil APX. Após 24 horas de armazenamento, os dentes foram seccionados em fatias de 0,7 mm de espessura e realizadas constrições na interface adesiva. Todas as fatias foram imersas em recipientes individuais com água trocada a cada dia e armazenadas por 1 dia e 3, 6 e 9 meses para serem submetidos ao teste de microtração. Em cada tempo específico os espécimes eram subdivididos em dois grupos: controle e AgNO<sub>3</sub> 50%. No subgrupo AgNO<sub>3</sub> 50% as fatias foram imersas por uma hora em nitrato de

prata 50% e expostas à solução reveladora por 12 horas. Em seguida, todos os espécimes foram submetidos ao teste de microtração e os espécimes do subgrupo AgNO<sub>3</sub> foram analisados para quantificar a área de penetração do nitrato de prata. Os resultados foram submetidos a ANOVA e teste de Fisher, também foi realizada análise de regressão para verificar se ocorreu correlação entre força de adesão e área de microinfiltração em cada tempo. Os resultados demonstraram que para os dois sistemas adesivos a força de resistência à tração decresceu gradualmente com o passar do tempo. Não houve diferença estatística entre as médias de adesão entre o grupo controle e o grupo AgNO<sub>3</sub>. A força de adesão do sistema adesivo Single Bond foi significativamente maior do que a força de adesão do sistema adesivo One Step ( $P < 0,05$ ). A penetração do nitrato de prata nos espécimes do sistema adesivo One Step foi menor na mensuração após 24 horas comparado à mensuração de 3, 6 e 9 meses; porém, não ocorreu diferença significativa entre a nanoinfiltração nestes últimos meses. Tampouco entre os quatro períodos de mensuração da nanoinfiltração para o sistema adesivo Single Bond. Também não foi observada correlação entre a força de adesão e nanoinfiltração em nenhum dos sistemas adesivos.

A durabilidade da adesão entre dentina e resinas adesivas é de grande importância na longevidade de restaurações. Devido a isso, OKUDA *et al.*, em 2002, realizaram um trabalho cujo objetivo foi avaliar a longevidade de adesivos autocondicionantes e, também, a correlação entre nanoinfiltração e força de adesão dentina/resina em um período de nove meses. Foram utilizados dez terceiros molares para cada sistema adesivo auto-condicionante – Clearfil Liner Bond 2V e Fluoro Bond. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com a recomendação do fabricante em uma superfície lisa de dentina coronária, obtida através de abrasão de lixa de carbureto de silício de granulação 600 e, em seguida, confeccionaram uma coroa de resina Clearfil APX. Após 24 horas de armazenamento, os dentes foram seccionados em fatias de 0,7 mm de espessura e realizadas constrições na interface adesiva. Todas as fatias foram imersas em recipientes individuais com água trocada a cada dia e armazenadas por 1 dia e 3, 6 e 9 meses para serem submetidos ao teste de microtração. Em cada tempo específico os espécimes era subdivididos em dois grupos: controle e AgNO<sub>3</sub> 50%. No subgrupo AgNO<sub>3</sub> 50% as fatias foram imersas por uma hora em nitrato de prata 50% e, em seguida, expostas a solução reveladora por 12 horas. Em seguida, todos os espécimes foram submetidos ao teste de microtração e os espécimes do subgrupo Ag NO<sub>3</sub> foram analisados para quantificar a área de penetração do nitrato de prata. Os resultados foram submetidos à ANOVA e teste de Fisher;

também foi realizada análise de regressão para verificar se ocorreu correlação entre força de adesão e área de microinfiltração em cada tempo. Os resultados demonstraram que para os dois sistemas adesivos a força de resistência à tração decresceu gradualmente com o passar do tempo apesar de não ter ocorrido diferença significativa entre as médias de adesão nos quatro períodos testados para o adesivo Fluorobond ( $p > 0,005$ ). A penetração do nitrato de prata aumentou para os dois sistemas adesivos com o passar do tempo e a análise de regressão observou forte correlação negativa entre força de adesão e nanoinfiltração no período de avaliação para o sistema adesivo Clearfil liner Bond 2V ( $r^2 = 0,844$ ). Os autores especularam que a degradação hidrolítica da camada híbrida aumentou gradualmente devido nanoinfiltração de água resultando em menores valores de força de adesão e falhas interfaciais após nove meses de armazenamento.

ARMSTRONG *et al.* (2003) desenvolveram esse trabalho para avaliar a durabilidade da adesão à dentina de sistemas adesivos convencionais de três e de dois passos de aplicação e de sistemas autocondicionantes de dois e um passo de aplicação, através do teste de microtração. Os sistemas adesivos Scotchbond Multipurpose, Single Bond, Clearfil SE Bond e Prompt L-Pop foram aplicados à dentina oclusal de terceiros molares e, em seguida, confeccionaram uma coroa de resina. Através de cortes de

precisão obtiveram espécimes para o teste de microtração, que foram armazenados em solução de cloramina T a 0,5% por 1, 6 e 15 meses e submetidos ao teste de microtração. As amostras fraturadas foram observadas em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados demonstraram que as médias de adesão do sistema Single Bond foram estatisticamente inferiores as médias dos sistemas Scotchbond Multipurpose e Clearfil SE Bond nas avaliações de 1 e 6 meses; no entanto, todos os sistemas comportaram-se igualmente após 15 meses de armazenamento. O sistema Prompt L-Pop não pode ser testado, pois muitos espécimes perderam-se durante a confecção. Os autores concluíram que ocorre um processo de degradação comum para todos os tipos de sistemas adesivos.

ASMUSSEN & PEUTZFELDT, em 2003, avaliaram um sistema adesivo de aplicação única (Prompt L-Pop), aplicado em esmalte e dentina, através de cisalhamento, em vinte e quatro horas e um ano após a confecção das amostras. As resinas compostas fotopolimerizáveis (Rebilda LC) e autopolimerizável (Rebilda) foram aderidas à dentina oclusal plana, após a aplicação dos sistemas adesivos Prompt L-Pop e os controles convencionais Solobond M, Solobond Plus e Optibond FL. Após armazenamento de 24 horas e um ano em água, os espécimes foram testados através de cisalhamento. Os resultados demonstraram que a

força adesiva do sistema Prompt L-Pop ao esmalte aumentou com o passar do tempo, já em dentina não houve diferença significativa entre os testes realizados em 1 dia e 1 ano. Não ocorreu nenhuma diferença entre as médias dos sistemas convencionais nas avaliações propostas. A resina composta autopolimerizável não aderiu ao sistema de aplicação única. Os autores concluíram que o sistema auto-condicionante de aplicação única é uma alternativa viável a sistemas convencionais, exceto para utilização com resinas compostas autopolimerizáveis.

HASHIMOTO e colaboradores (2003) realizaram esse trabalho com o objetivo de determinar se ocorre alguma degradação na adesão resina/dentina após um ano de armazenamento utilizando uma combinação de metodologias: teste de microtração correlacionado com avaliação dos espécimes fraturados em microscopia eletrônica de varredura e observação da interface em microscopia eletrônica de transmissão. Utilizaram 24 pré-molares para exposição de dentina média oclusal tratada com o sistema Scotch Bond Multipurpose e resina Z100. Após o seccionamento das amostras em “palitos” com interface adesiva de 1 mm<sup>2</sup>, obtiveram 20 “palitos” por dente sendo que 4 foram utilizados como controle (teste de tração após 24 horas) e 16 armazenados em água contendo 0,5% de cloramina T por um ano. Após a fratura as amostras foram dissecadas por 48 horas, metalizadas e observadas em microscopia

eletrônica de varredura. As mesmas amostras foram preparadas para observação em microscópio eletrônico de transmissão. Os resultados demonstraram diminuição de 67% da força de resistência a tração entre os tempos de 24 horas e 1 ano de avaliação. Através da microscopia eletrônica de varredura observaram, após um ano de armazenamento, ausência de adesivo nos espaços interfibrilares. A microscopia eletrônica de transmissão demonstrou que, em ambos os tempos de avaliação, as fraturas ocorreram no topo da camada híbrida; no entanto, observaram espaços na camada híbrida preenchidos por resina epóxica (utilizada na preparação das amostras para microscopia eletrônica de transmissão) nos espécimes testados após um ano de armazenamento, demonstrando degradação da camada híbrida. Os autores concluíram que dois padrões de degradação puderam ser observados, a desorganização das fibras colágenas, e a perda do adesivo dos espaços interfibrilares da camada híbrida.

HASHIMOTO *et al.* (2003) realizaram esse trabalho com o objetivo de avaliar se há diferença nos padrões de degradação de diferentes tipos de sistemas adesivos (autocondicionantes e adesivos convencionais - condicionamento ácido total) utilizando diferentes procedimentos adesivos (secagem ou não da dentina) para os sistemas convencionais, após 6 e 12 meses de armazenamento das amostras. Os sistemas adesivos One Up Bond F e Gluma One Bond foram aplicados em dentina média oclusal de

pré-molares humanos. Os procedimentos adesivos Gluma One Bond foram realizados em dentina umedecida e totalmente seca após o condicionamento ácido. Após o preparo das amostras, obtiveram espécimes de dentina e resina em forma de paralelepípedo que foram testados em máquina universal de ensaio para verificar a força de resistência a tração após 24 horas (controle) 6 e 12 meses da confecção das amostras. Os espécimes fraturados foram observados em microscopia eletrônica de varredura para verificar o padrão de fratura. Os resultados submetidos à análise estatística demonstraram que as médias do sistema adesivo One Up Bond F obtidas após 24 horas de armazenamento foram superiores às médias de todos os outros grupos e após 6 e 12 meses de exposição à água, as médias de resistência à tração decaíram de maneira significativa em cada grupo comparados aos respectivos controles. A análise do padrão de fratura indicou que as percentagens de falhas adesivas do sistema One Up Bond F, nas avaliações de 6 e 12 meses, foram maiores do que em 24 horas; e as fraturas em dentina desmineralizada avaliadas após 12 meses de armazenamento foram mais freqüentes para o sistema Gluma One Bond aplicado em dentina seca e comparado ao controle.

MUNCK e colaboradores, em 2003, armazenaram por quatro anos espécimes restaurados com sistemas adesivos convencionais para verificar



a resistência adesiva dos mesmos através de microtração. Os sistemas utilizados foram Optibond DC, Optibond Solo, Scotchbond Multipurpose e Singlebond. Prepararam 7 dentes por sistema adesivo, sendo três avaliados através do teste de microtração 24 horas após a confecção dos espécimes e 4 armazenados em água contendo cloramina 0,5% para avaliação após quatro anos. Metade das amostras armazenadas foram seccionadas no sentido mésio-distal para exposição direta da interface à água. Os espécimes fraturados foram observados em microscopia eletrônica de varredura e de transmissão. Os resultados demonstraram que os espécimes expostos diretamente à água sofreram redução da força adesiva, enquanto que os demais não demonstraram diferenças estatísticas significativas em suas médias.

NAKAJIMA e colaboradores, em 2003, realizaram este estudo para determinar se sistemas adesivos contendo flúor podem melhorar a durabilidade da resistência adesiva à dentina após seis meses de armazenamento. As amostras foram preparadas em dentina oclusal lisa de 20 terceiros molares. Todos os espécimes foram tratados com um *primer* experimental (ABP – Kuraray) e, então, divididos em dois grupos: um foi tratado com um adesivo contendo flúor (KBF experimental - Kuraray) e outro tratado com Clearfil SE Bond. Em seguida realizaram uma “coroa” de resina Clearfil AP-X. Após o seccionamento das amostras para obtenção de fatia em formato de ampulheta, as mesmas foram subdivididas em três

grupos de acordo com os períodos de armazenamento (1 dia, 3 e 6 meses), e submetidas ao teste de microtração. Nos subgrupos de 3 e 6 meses de armazenamento, as fatias foram novamente divididas em dois grupos, sendo que em um deles os espécimes sofreram cobertura total de esmalte para unhas e no outro não. Os espécimes foram armazenados em água trocada diariamente e o esmalte para unhas foi removido previamente ao teste de tração. Realizaram, também, a avaliação do padrão de fratura em microscópio eletrônico de varredura. Os resultados demonstraram que não houve diferença estatística significativa entre os sistemas adesivos após 24 horas. Para os espécimes sem proteção do esmalte para unhas do adesivo Clearfil SE Bond ocorreu diminuição da força adesiva após 3 e 6 meses; o que não ocorreu para os espécimes sem proteção de esmalte do sistema adesivo KBF experimental, já que este não demonstrou diferença na resistência à tração entre os três períodos avaliados. Nos grupos cobertos com esmalte para unhas ambos os sistemas adesivos não obtiveram diferenças nas médias de resistência à tração nos três períodos de avaliação. Os padrões de fratura foram classificados principalmente em fraturas mistas (adesivas e coesivas no adesivo) e em fraturas totalmente coesivas no adesivo. Os autores concluíram que a durabilidade da adesão a dentina obtida por um adesivo contendo flúor foi aumentada comparado com um sistema sem flúor. Observaram, também, que a cobertura do esmalte para unhas proporcionou pequenas alterações na força adesiva

durante 6 meses de armazenamento, indicando que a penetração de água pela interface é um fator crítico na degradação da mesma.



### **3. PROPOSIÇÃO**

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência a microtração da união de dois sistemas adesivos autocondicionantes, Clearfil SE Bond e One Up Bond F, à dentina com e sem prévio jateamento de óxido de alumínio e após diferentes períodos de armazenamento em água destilada (24 horas, 90 e 180 dias) e avaliar o padrão de fratura em microscópio eletrônico de varredura.



## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### MATERIAIS

O QUADRO 4.1 descreve o nome comercial, composição básica, fabricantes e lotes dos sistemas adesivos (FIG. 4.1 e 4.2) e do compósito utilizados neste estudo.

QUADRO 4.1 Marca comercial, composição, fabricante e lote dos materiais utilizados no experimento

|   |   |   |
|---|---|---|
| Clearfil SE Bond<br>Sistema adesivo<br>autocondicionante;<br>2 frascos    | <i>Primer:</i> MDP; Dimetacrilato hidrófilo;<br>Canforoquinona; HEMA; Água; N,N<br>Dietanol P Toluidina<br><i>Adesivo:</i> MDP; Bis-GMA; HEMA;<br>Dimetacrilato hidrófobo; N,N Dietanol P<br>Toluidina; Canforoquinona; Sílica<br>coloidal silanizada | Kuraray Co.,<br>J Morita-USA Inc<br>Irvine, CA 92618<br>USA<br>LOTE: 61155              |
| One up Bond F<br>Sistema adesivo<br>autocondicionante;<br>Aplicação única | Água; Metil metacrilato; HEMA; Corante<br>coumarim; MAC 10; Monômero<br>metacrilato multifuncional; Ácido fostato<br>metacriloyloxialquil; Vidro de fluoramino<br>silicato e Iniciador (catalisador aril<br>borato)                                   | Tokuyama Dental<br>Corp<br>J Morita-USA Inc<br>Irvine, CA 92618<br>USA<br>LOTE: U4830Z1 |
| TPH Spectrum  | Bis-GMA uretano modificada; Boro<br>silicato de alumínio e bário silanizado;<br>sílica pirolítica silanizada;<br>Canforoquinona; hidroxi tolueno<br>butilizado, corantes  | Dentsply Industria e<br>Comércio Ltda.<br>Petrópolis RJ Brazil<br>Cor A2/LOTE: 10797    |

Abreviações: Bis GMA: Bisfenol glicidil metacrilato; HEMA: 2-hidroxietil metacrilato; MAC 10: ácido dicarboxílico metacriloxiundecano; MDP: 10-metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato.



FIG. 4.1

Sistema adesivo autocondicionante de aplicação única



FIG. 4.2

Sistema adesivo autocondicionante com dois passos de aplicação

## MÉTODO

### Delineamento Experimental

As unidades experimentais utilizadas neste estudo foram 456 paralelepípedos formados por resina e dentina obtidos de 72 terceiros molares humanos. A resistência à tração foi a variável de resposta, avaliada através do teste de microtração.

Os Fatores em estudo foram: **Sistemas adesivos em dois níveis:** Clearfil SE Bond (Kuraray Co.) e One Up Bond (J. Morita); **Tratamento Superficial em dois níveis:** Com e Sem jateamento de óxido de alumínio prévio à aplicação do sistema adesivo; **Períodos de armazenamento em três níveis:** 24 horas, 90 e 180 dias. A combinação desses 3 fatores constituíram 12 grupos experimentais em um delineamento inteiramente ao acaso em esquema fatorial 2x2x3.



## **Armazenamento, Limpeza e Preparo dos dentes para obtenção dos fragmentos dentais**

Foram obtidos 72 terceiros molares humanos, sendo seis para cada grupo experimental, junto a cirurgiões-dentistas em pleno exercício de suas funções, conforme aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da FOP – UNICAMP (Anexo 1). Os elementos dentais foram armazenados em solução de formol (Merck) a 2% pH 7. Em seguida foram raspados com curetas (Neumar) para eliminação dos remanescentes do tecido periodontal, limpos com pedra-pomes e água e armazenados em água destilada.

Os dentes foram separados de maneira aleatória e seccionados na porção média coronária, na altura da junção amelo-dentinária do sulco central, perpendicularmente ao seu longo eixo, através de disco diamantado de dupla face (KG Sorensen Ind. E Com. Ltda) em baixa rotação, sob refrigeração água/ar para obtenção de dentina oclusal lisa e plana de profundidade média em todos os dentes (FIG. 4.3). Da mesma maneira, uma segunda secção foi realizada 5 mm abaixo da junção amelo-cementária na altura da furca radicular (FIG. 4.4) e, em seguida, através de brocas esféricas de aço números 2 e 4 (Malleifer – SSWhite do Brasil), removeu-se o assoalho da câmara pulpar e também o tecido pulpar com o auxílio de curetas de dentina (Duflex – SSWhite; FIG. 4.5).



FIG. 4.3

Corte oclusal – na altura da junção amelo dentinária do sulco central



FIG. 4.4

Corte radicular – 5 mm abaixo da junção amelo-cementária, na altura da furca radicular



FIG. 4.5

Fragmentos dentais obtidos após a realização dos cortes oclusal e radicular e remoção do tecido pulpar



FIG. 4.6

Mensuração da espessura dentinária através de um espessímetro

Através do acesso à câmara pulpar realizou-se a mensuração da espessura dentinária com o auxílio de um espessímetro (Stainless), estabelecendo-se 2 mm de espessura de maneira uniforme através de desgaste manual em lixa de carbureto de silício granulação 600 (FIG. 4.6).

As câmaras pulpaes foram preenchidas com resina composta TPH Spectrum após aplicação do sistema adesivo respectivo para cada fragmento dental determinado por sorteio (Clearfil SE Bond ou One Up Bond F), para facilitar a obtenção dos espécimes durante o seccionamento na cortadeira de precisão (Impitech-Equilan).

Nas regiões em que a espessura dentinária encontrava-se menor do que 2 mm, realizou-se uma marcação, com caneta de retroprojektor, na resina da câmara pulpar para que os palitos obtidos nesta região não fossem utilizados no teste de tração (FIG.4.7). Em seguida, realizou-se o acabamento das superfícies de dentina através de abrasionamento manual com lixa de Carbureto de Silício com granulação 600 durante 15 segundos, criando uma espessura uniforme de lama dentinária.



FIG. 4.7  
Marcação das regiões com espessura  
dentinária menor do que 2 mm

### **Grupos Experimentais**

Os grupos experimentais para o ensaio de resistência à tração de sistemas adesivos unidos à dentina, submetidos ou não ao jateamento dentinário com óxido de alumínio, avaliados após diferentes tempos de armazenamento estão descritos no QUADRO 4.2.

Quadro 4.2 Descrição dos tratamentos designados aos grupos experimentais

| <b>Grupo</b> | <b>Sistema Adesivo</b> | <b>Tratamento Superficial</b> | <b>Tempo de Armazenamento</b> |
|--------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| 1            | Clearfil SE Bond       | Com                           | 24 horas                      |
| 2            | Clearfil SE Bond       | Com                           | 90 dias                       |
| 3            | Clearfil SE Bond       | Com                           | 180 dias                      |
| 4            | Clearfil SE Bond       | Sem                           | 24 horas                      |
| 5            | Clearfil SE Bond       | Sem                           | 90 dias                       |
| 6            | Clearfil SE Bond       | Sem                           | 180 dias                      |
| 7            | One Up Bond            | Com                           | 24 horas                      |
| 8            | One Up Bond            | Com                           | 90 dias                       |
| 9            | One Up Bond            | Com                           | 180 dias                      |
| 10           | One Up Bond            | Sem                           | 24 horas                      |
| 11           | One Up Bond            | Sem                           | 90 dias                       |
| 12           | One Up Bond            | Sem                           | 180 dias                      |

### **Tratamento Superficial com jateamento de Óxido de Alumínio**

Os grupos 1, 2, 3, 7, 8 e 9 foram submetidos ao jateamento com partículas abrasivas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  50  $\mu\text{m}$ , por 10 segundos, utilizando o aparelho Microetcher intra oral (Bioart; FIG. 4.8), com pressão de  $\pm 60$  psi. O aparelho foi posicionado próximo à dentina ( $\pm 0,5$  cm) e o jateamento foi realizado em toda a superfície dentinária nos sentidos méso-distal e disto-mesial por 10 segundos (FIG. 4.9).



FIG. 4.8  
Aparelho Microetcher Bioart

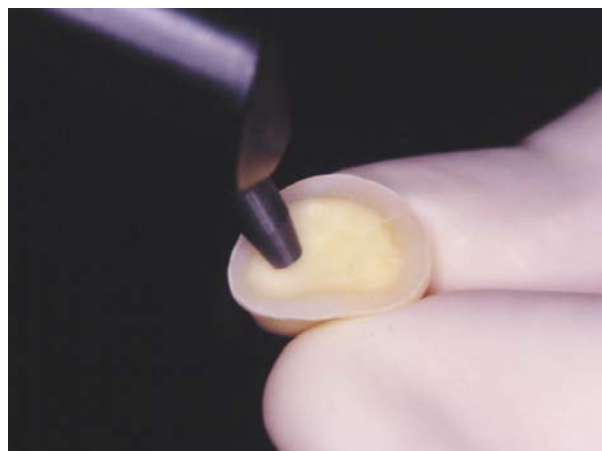


FIG. 4.9  
Aplicação do óxido de alumínio na  
superfície dentinária

### **Aplicação dos sistemas adesivos e técnica restauradora**

Os sistemas adesivos foram aplicados na superfície da dentina planificada dos dentes (FIG. 4.10 e 4.11) respeitando-se as recomendações dos seus respectivos fabricantes (TAB. 4.1). Em seguida, inseriu-se a resina composta TPH Spectrum (Dentsply Ind. e Com. Ltda) em 3

incrementos, fotopolimerizados por 40 segundos. Assim, um bloco de compósito de 6 mm de altura foi confeccionado (FIG 4.12.). As amostras foram armazenadas em água destilada por 24 horas a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$ .

Tabela 4.1: Protocolo de aplicação dos sistemas adesivos.

|                                   |  |
|-----------------------------------|--|
| Clearfil SE Bond<br>(Kuraray Co.) | Aplicar uma camada do <i>primer</i> , secar com leve jato de ar, aguardar 20 segundos, aplicar o adesivo, remover o excesso com leve jato de ar e fotopolimerizar por 10 segundos.   |
| One Up Bond (J. Morita)           | Dispensar uma gota de cada agente no casulo misturador, misturar os dois agentes até a obtenção de uma cor rosa homogênea, aplicar a mistura na estrutura dental, aguardar 20 segundos não remover excessos e fotopolimerizar por 10 segundos ou mais garantindo a modificação de cor rosa para incolor. |



FIG. 4.10  
Aplicação do sistema  
adesivo One Up Bond F



FIG. 4.11  
Fotopolimerização por  
20 segundos



FIG. 4.12  
Amostra restaurada com  
resina composta TPH

### **Obtenção das Amostras**

Em seguida, os dentes foram fixados individualmente em placas de acrílico (5 mm x 5 mm x 4 mm) a partir da gengival, utilizando-se, em primeiro lugar, um adesivo (Super Bond - Loctite Brasil Ltda.) e depois cera pegajosa (Kerr Manufacturing Company). Este aparato foi devidamente fixado a uma cortadeira de precisão (Imptech-Equilan), e um disco diamantado de alta concentração (Extec Corp.) foi utilizado para seccionar serialmente as amostras a partir da resina composta, paralelamente ao seu longo eixo nos sentidos méso-distal e vestibulo lingual com uma distância de 1 mm entre os cortes (FIG. 4.13). Decorrido este processo os dentes foram removidos da cortadeira de precisão e da placa acrílica, para que os espécimes constituídos de resina composta unidos à dentina na forma de um paralelepípedo (palitos) fossem selecionados, sendo que para

cada dente foram aproveitados de 6 a 7 palitos. Os espécimes foram removidos com o auxílio de um disco diamantado de dupla face (KG Sorensen), adaptado em peça de mão (Kavo do Brasil) e apreendidos cuidadosamente com pinça clínica.

Os espécimes dos grupos 2, 3, 5, 6, 8, 9, 11 e 12 foram armazenados em recipientes individuais com água destilada trocada diariamente em estufa bacteriológica a 37°C (SHONO *et al.*, 1999, OKUDA *et al.*, 2001), até o tempo específico de cada amostra para o teste de microtração.

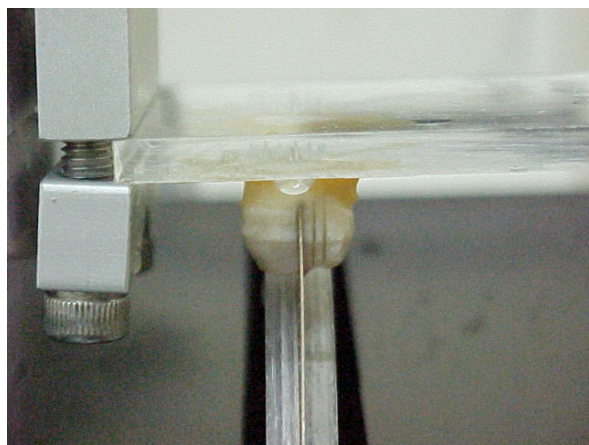


FIG. 4.13  
Secção da amostra com o auxílio do disco diamantado fixado em cortadeira de precisão



FIG. 4.14  
Dispositivo de microtração acoplado a máquina universal de ensaio



## Ensaio de Tração

Com o auxílio de uma cola a base de cianoacrilato, os espécimes foram fixados pelas suas extremidades, nos *grips* do dispositivo de microtração (cópia do dispositivo Bencor Multi-T, Danville Engeneering Co.) acoplado à máquina universal de ensaio (Instron 4411; FIG. 4.14). O tracionamento foi conduzido com velocidade de 0,5 mm/min até a ruptura da amostra (FIG. 4.15 e 4.16) e os valores de resistência adesiva foram obtidos em quilograma-força. A carga necessária para fraturar os espécimes, em Mega Pascal (MPa), foi calculada após a mensuração da área adesiva com um paquímetro digital (Starrett) de acordo com a fórmula matemática:

$$R = \frac{\text{Força (kgf)}}{\text{Área (cm}^2\text{)}} \times 0,098$$

$$1) \text{ Área do espécime em mm}^2 \div 100 = \text{área do espécime em cm}^2$$

$$2) \text{ Valor de resistência em quilograma-força} \div \text{área do espécime em cm}^2 = \text{kgf/cm}^2$$

$$3) \text{ kgf/cm}^2 \times 0,098 = \text{MPa}$$

Os dados obtidos foram tabulados e submetidos à análise estatística Análise de Variância e Tukey Kramer.



FIG. 4.15  
Espécime fixado no  
dispositivo de microtração

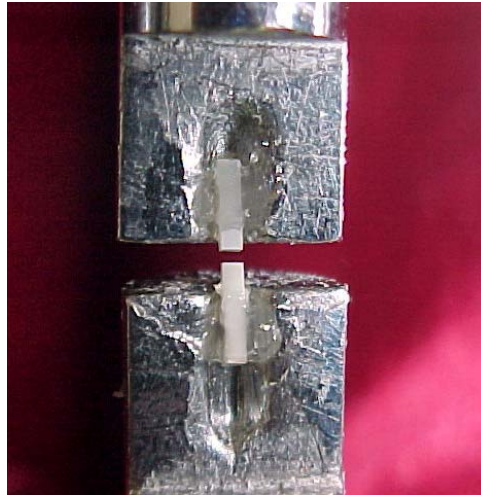


FIG. 4.16  
Ruptura do espécime

### **Microscopia Eletrônica de Varredura**

Após o teste de microtração, as porções dentinárias foram separadas e fixadas, com as interfaces fraturadas voltadas para cima, em *stubs* metálicos, metalizadas (SCD 050 sputer Coater, Baltec) por 100 segundos, e avaliadas em microscópio eletrônico de varredura (JEOL, JSM-5600LV, scanning electron microscope) para determinação do padrão de fratura. As amostras preparadas foram observadas em Microscopia Eletrônica de Varredura, regulada para 15kV, com distância de trabalho (*Working Distance* = WD) de 30 mm, *spotsizes* de 32. A classificação do padrão de fratura em um entre cinco tipos foi realizada como uma adaptação do modelo descrito por MONTES *et al.* (2001) e TANUMIHARJA *et al.* (2000):

Tipo 1, falha adesiva entre o adesivo e dentina;

Tipo 2, falha parcial adesiva entre o sistema adesivo e dentina e parcial coesiva no adesivo;

Tipo 3, totalmente coesiva no sistema adesivo;

Tipo 4, parcialmente coesiva dentina;

Tipo 5, parcialmente coesiva resina composta.

Os resultados da avaliação do padrão de fratura foram submetidos a análise estatística não paramétrica, para um estudo de distribuição dos padrões de fratura através do teste de Cochran-Mantel-Haenszel (CMH) e de qui-quadrado para avaliar a hipótese de igualdade das proporções.

### **Observação da Região de União Compósito/Dentina**

Também foram preparadas quatro amostras de cada sistemas adesivos aplicados com e sem prévio jateamento de óxido de alumínio para examinar a interface adesiva através de microscopia eletrônica de varredura. Após a preparação das amostras, as mesmas foram seccionadas no sentido mésio-distal com disco diamantado (Extec Corp.) em cortadeira de precisão (Imptech-Equilan). As superfícies internas de cada fragmento dental passaram pela etapa inicial do polimento: foram polidas manualmente com lixas de carbureto de silício granulações 600, 1000 e 1200, e no intervalo de cada diferente granulação, as amostras foram limpas em ultra-som (USC 1400) por 30 minutos. Em seguida, fez-se uso de panos auto-adesivos para polimento metalográfico e pastas polidoras diamantadas de granulações 1 e 1/4  $\mu\text{m}$  e, da mesma maneira, após cada polimento, as amostras foram limpas em ultra-som por 30 minutos. Findo o polimento, as amostras permaneceram imersas por 12 horas em solução de Karnovsky (2,5% glutaraldeído e 2% paraformaldeído em 0,1mol por litro de cacodilato) para serem fixadas (TAY *et al.*, 2002a).

O passo seguinte da preparação das amostras foi a desmineralização para remoção dos minerais que não foram encapsulados por resina. Assim as amostras foram desmineralizadas por 3 segundos com ácido fosfórico a 50%, lavadas, secadas e colocadas em ultra-som por 30 minutos. Em seguida, as amostras foram desproteinizadas através da imersão em

hipoclorito de sódio a 10% por 5 minutos para remoção das fibras colágenas expostas. Seguiu-se ainda a desidratação: as amostras foram imersas em soluções crescentes de etanol (25%, 50%, 75%, 95% e 100%) por vinte minutos em cada uma. Por fim, as mesmas foram imersas em Hexametildisilazane (HMDS), por dez minutos a temperatura ambiente para garantir a secagem final das amostras (PERDIGÃO *et al.*, 1996). Em seguida, descartou-se a solução de HMDS e as superfícies foram colocadas sobre papel filtro, cobertos por Becker, para que houvesse a eliminação de excesso desta substância (HMDS), por vinte e quatro horas, dentro de uma capela com aspiração. Cada fragmento dental foi fixado em *stubs* metálicos através de fita adesiva carbonada de dupla face. Os *stubs* foram levados a uma estufa a 37 °C, por 6 horas, e procedeu-se a cobertura com ouro pelo processo de metalização (SCD 050 sputer Coater, Baltec), por 100 segundos. As amostras preparadas foram observadas em microscópio eletrônico de varredura (JEOL, JSM-5600LV, scanning electron microscope), operando em 15kV, com distância de trabalho (*Working Distance* = WD) de 20 mm, *spotsize* de 32. Fotomicrografias foram obtidas das regiões que mais caracterizavam a área de união dentina/resina.



## 5. RESULTADOS

### *Resultados – Teste de Microtração*

A análise de Variância foi conduzida com utilização de um modelo adequado para experimentos inteiramente casualizados com arranjo fatorial dos níveis dos fatores Jateamento (*Com* e *Sem*); Adesivo (*One Up Bond F* e *Clearfil SE Bond*) e Tempo (*1 dia*, *90 dias* e *180 dias*) constituindo um fatorial 2 x 2 x 3. O nível de significância foi de 5% ( $p > 0,05$ ).

Uma vez analisado o estudo de suposições e definida a possibilidade de aplicação de estatísticas paramétricas foi eleito o teste de Tukey Kramer para comparações múltiplas de médias, sempre que houvesse necessidade. Adotou-se o sistema SAS (Statistical Analysis System) para realização dos cálculos. No primeiro estudo de suposições observou-se violações à suposição de escala de variável de resposta, e devido a isso os dados foram elevados a potência de 0,6, desta maneira não foram mais observados violações as suposições que embasam a análise de variância, apresentada na tabela 5.1.

**TAB. 5.1** Análise de variância com base na variável resistência a tração (MPa)

| Causa de variação   | G.L. | S.Q.      | Q.M.    | Valor F | Valor p              |
|---------------------|------|-----------|---------|---------|----------------------|
| Tempo               | 2    | 180,6358  | 90,3179 | 48,40   | <0,0001 *            |
| Adesivo             | 1    | 0,4478    | 0,4478  | 0,24    | 0,6245 <sup>ns</sup> |
| Jateamento          | 1    | 7,2976    | 7,2976  | 3,91    | 0,0486 *             |
| Tempo x Adesivo     | 2    | 9,1609    | 4,5804  | 2,45    | 0,0871 <sup>ns</sup> |
| Tempo x Jateam.     | 2    | 35,2122   | 17,6061 | 9,43    | <0,0001**            |
| Adesivo x Jateam.   | 1    | 0,2676    | 0,2676  | 0,14    | 0,7051 <sup>ns</sup> |
| TempoxAdes.xJateam. | 2    | 11,4596   | 5,7298  | 3,07    | 0,0474 *             |
| Resíduo             | 444  | 828,6192  | 1,8662  |         |                      |
| Total Corrigido     | 455  | 1078,1868 |         |         |                      |

G.L.: Grau de Liberdade; S.Q.: Soma dos Quadrados; Q.M.: Quadrados Médios  
CV= 20,38467

No quadro de análise de variância, são observados indícios de que a interação tripla (*Tempo\*Adesivo\*Jateamento*) foi significativa, havendo a necessidade de se desdobrar esta interação para comparações múltiplas de médias. A Tabela 5.2 demonstra a presença de diferenças entre as médias dos níveis do fator Jateamento apenas no tempo de 90 dias quando aplicado o adesivo Clearfil SE Bond.



**TAB. 5.2** Comparação das médias do fator Jateamento dentro dos níveis dos fatores Tempo e Adesivo através do teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ )

| Tempo<br>(dias) | Adesivo  | Jateamento | n  | média  | Teste<br>de<br>Tukey | Desvio<br>padrão | Limites Intervalo<br>de confiança |          |
|-----------------|----------|------------|----|--------|----------------------|------------------|-----------------------------------|----------|
|                 |          |            |    |        |                      |                  | Superior                          | Inferior |
| 1               | Clearfil | Com        | 36 | 27,047 | A                    | 7,267            | 29,506                            | 24,588   |
|                 |          | Sem        | 41 | 31,847 | A                    | 7,512            | 34,218                            | 29,476   |
|                 | One Up   | Com        | 36 | 28,199 | A                    | 8,340            | 31,021                            | 25,378   |
|                 |          | Sem        | 36 | 29,413 | A                    | 7,964            | 32,108                            | 26,718   |
| 90              | Clearfil | Com        | 39 | 26,688 | A                    | 9,438            | 29,747                            | 23,628   |
|                 |          | Sem        | 40 | 19,827 | B                    | 10,663           | 23,237                            | 16,471   |
|                 | One Up   | Com        | 40 | 26,907 | A                    | 8,380            | 29,587                            | 24,227   |
|                 |          | Sem        | 42 | 24,216 | A                    | 8,706            | 26,929                            | 21,504   |
| 180             | Clearfil | Com        | 36 | 20,695 | A                    | 7,565            | 23,254                            | 18,135   |
|                 |          | Sem        | 35 | 19,925 | A                    | 6,213            | 22,059                            | 17,790   |
|                 | One Up   | Com        | 38 | 21,059 | A                    | 6,037            | 23,044                            | 19,075   |
|                 |          | Sem        | 37 | 17,818 | A                    | 6,870            | 20,109                            | 15,527   |

Médias de Resistência a Tração (MPa) com letras iguais não diferem entre si

Uma segunda comparação foi realizada entre os adesivos utilizados. Para tanto, houve necessidade de se fixar os níveis dos fatores Tempo e Jateamento (Tabela 5.3).

**TAB. 5.3** Comparação das médias do fator Adesivo dentro dos níveis dos fatores Tempo e Jateamento através do teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ )

| Tempo<br>(dias) | Jateamento | Adesivo  | n  | média  | Teste<br>de<br>Tukey | Desvio<br>Padrão | Limites intervalo<br>de confiança |          |
|-----------------|------------|----------|----|--------|----------------------|------------------|-----------------------------------|----------|
|                 |            |          |    |        |                      |                  | Superior                          | Inferior |
| 1               | Com        | Clearfil | 36 | 27,047 | A                    | 7,267            | 29,506                            | 24,588   |
|                 |            | One Up   | 36 | 28,199 | A                    | 8,340            | 31,021                            | 25,378   |
|                 | Sem        | Clearfil | 41 | 31,847 | A                    | 7,512            | 34,218                            | 29,476   |
|                 |            | One Up   | 36 | 29,413 | A                    | 7,964            | 32,108                            | 26,718   |
| 90              | Com        | Clearfil | 39 | 26,688 | A                    | 9,438            | 29,747                            | 23,628   |
|                 |            | One Up   | 40 | 26,907 | A                    | 8,380            | 29,587                            | 24,227   |
|                 | Sem        | Clearfil | 40 | 19,827 | A                    | 10,663           | 23,237                            | 16,417   |
|                 |            | One Up   | 42 | 24,216 | A                    | 8,706            | 26,929                            | 21,504   |
| 180             | Com        | Clearfil | 36 | 20,695 | A                    | 7,565            | 23,254                            | 18,135   |
|                 |            | One Up   | 38 | 21,059 | A                    | 6,037            | 23,044                            | 19,075   |
|                 | Sem        | Clearfil | 35 | 19,925 | A                    | 6,213            | 22,059                            | 17,719   |
|                 |            | One Up   | 37 | 17,818 | A                    | 6,870            | 20,109                            | 15,527   |

Médias de Resistência a Tração (MPa) com letras iguais não diferem entre si

O efeito do fator Adesivo não foi significativo em nenhuma das combinações de níveis dos fatores Tempo e Jateamento.

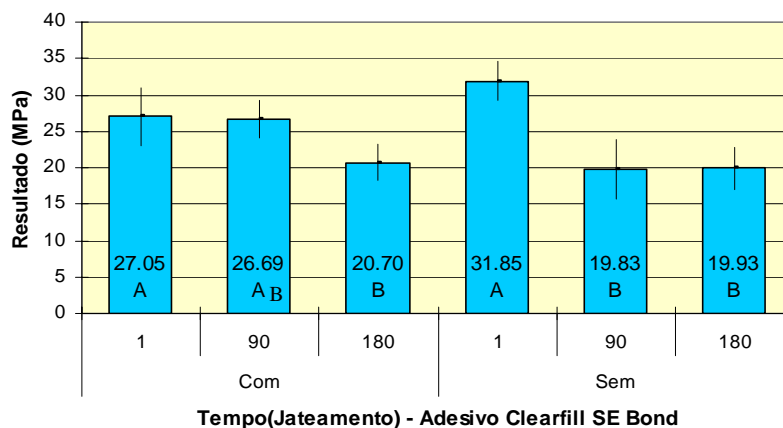
Por fim, comparou-se das médias do fator Tempo dentro dos níveis dos fatores Jateamento e Adesivo (Tabela 5.4).

**TAB. 5.4** Comparação das médias do fator Tempo dentro dos níveis dos fatores Adesivo e Jateamento através do teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ )

| Adesivo  | Jateamento | Tempo (dias) | n  | Média  | Teste de Tukey | Desvio padrão | Limites intervalo de confiança |          |
|----------|------------|--------------|----|--------|----------------|---------------|--------------------------------|----------|
|          |            |              |    |        |                |               | Superior                       | Inferior |
| Clearfil | Com        | 1            | 36 | 27,047 | A              | 7,267         | 29,506                         | 24,588   |
|          |            | 90           | 39 | 26,688 | A B            | 9,438         | 29,747                         | 23,628   |
|          |            | 180          | 36 | 20,695 | B              | 7,565         | 23,254                         | 18,135   |
|          | Sem        | 1            | 41 | 31,847 | A              | 7,512         | 34,218                         | 29,476   |
|          |            | 90           | 40 | 19,827 | B              | 10,663        | 23,237                         | 16,471   |
|          |            | 180          | 35 | 19,925 | B              | 6,213         | 22,059                         | 17,719   |
| One Up   | Com        | 1            | 36 | 28,199 | A              | 8,340         | 31,021                         | 25,378   |
|          |            | 90           | 40 | 26,907 | A B            | 8,380         | 29,587                         | 24,227   |
|          |            | 180          | 38 | 21,059 | B              | 6,037         | 23,044                         | 19,075   |
|          | Sem        | 1            | 36 | 29,413 | A              | 7,964         | 32,108                         | 26,718   |
|          |            | 90           | 42 | 24,216 | A              | 8,706         | 26,929                         | 21,504   |
|          |            | 180          | 37 | 17,818 | B              | 6,870         | 20,109                         | 15,527   |

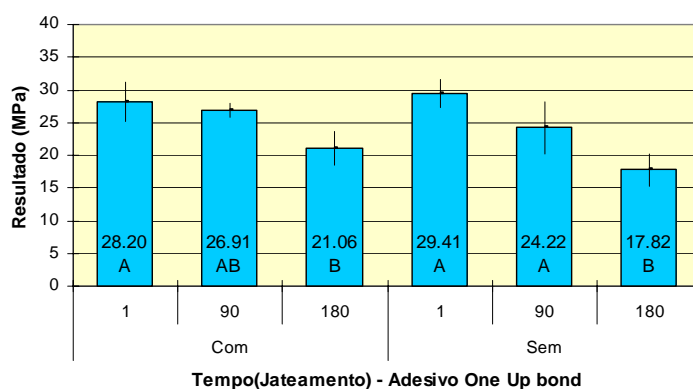
Médias de Resistência a Tração (MPa) com letras iguais não diferem entre si

Pode ser observado que o efeito de tempo é variável na dependência da aplicação ou não de jateamento de óxido de alumínio e do adesivo utilizado. Para o adesivo Clearfil SE Bond *Com* jateamento a média de resistência a tração é significativamente maior nos tempos de 1 e 90 dias do que no tempo de 180 dias. Já *Sem* jateamento há diferenças entre a média de resistência a tração do tempo 1 dia em relação às médias dos tempos 90 e 180 dias. Estas diferenças são ilustradas no Gráfico 5.1.



**Gráfico 5.1** Comparação das médias e intervalos de confiança do fator tempo dos espécimes do adesivo Clearfil SE Bond, com e sem jateamento. Barras com letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ) quando comparadas com outras barras de um mesmo nível de Jateamento.

Continuando a análise da Tabela 5.4, ao se utilizar o adesivo One Up Bond F Com jateamento a média de 1 dia é significativamente maior que a média de 180 dias. Também pode se concluir que Sem jateamento, a média de resistência a tração (MPa) é significativamente menor no tempo de 180 dias, conforme ilustra o Gráfico 5.2.



**Gráfico 5.2** Comparação das médias e intervalos de confiança do fator tempo dos espécimes do adesivo One Up Bond F, com e sem jateamento. Barras com letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ) quando comparadas com outras barras de um mesmo nível de Jateamento.

### *Resultados – Padrão de Fratura*

As figuras 5.1, 5.2, 5.3, 5.4, 5.5, 5.6 e 5.7 caracterizam cada tipo de padrão de fratura encontrado nos espécimes após o teste de microtração.

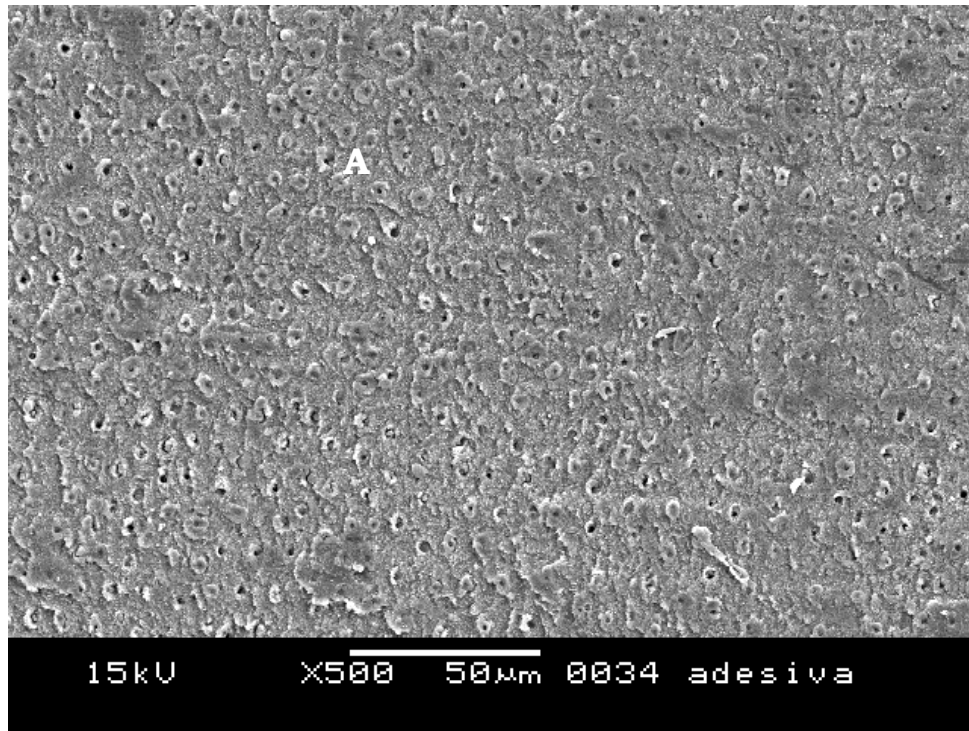


FIG. 5.1

Fratura ilustrativa de falha adesiva - Padrão do tipo 1. A: túbulos dentinários com presença de sistema adesivo

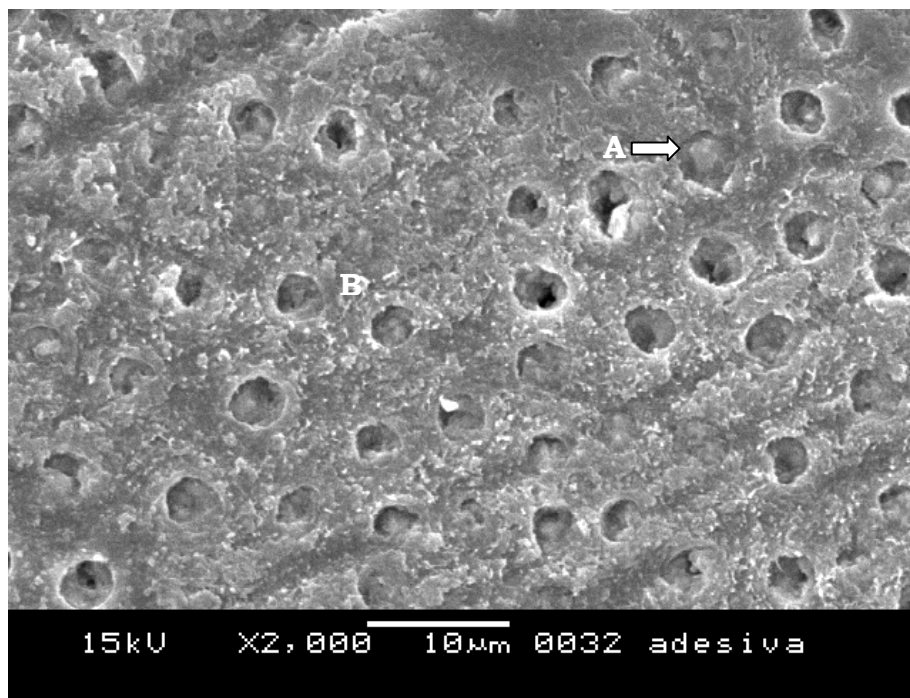


FIG. 5.2

Fratura ilustrativa de falha adesiva em maior aumento 2000 vezes - Padrão do Tipo 1. A: *tags* fraturados no interior dos túbulos; B: dentina intertubular

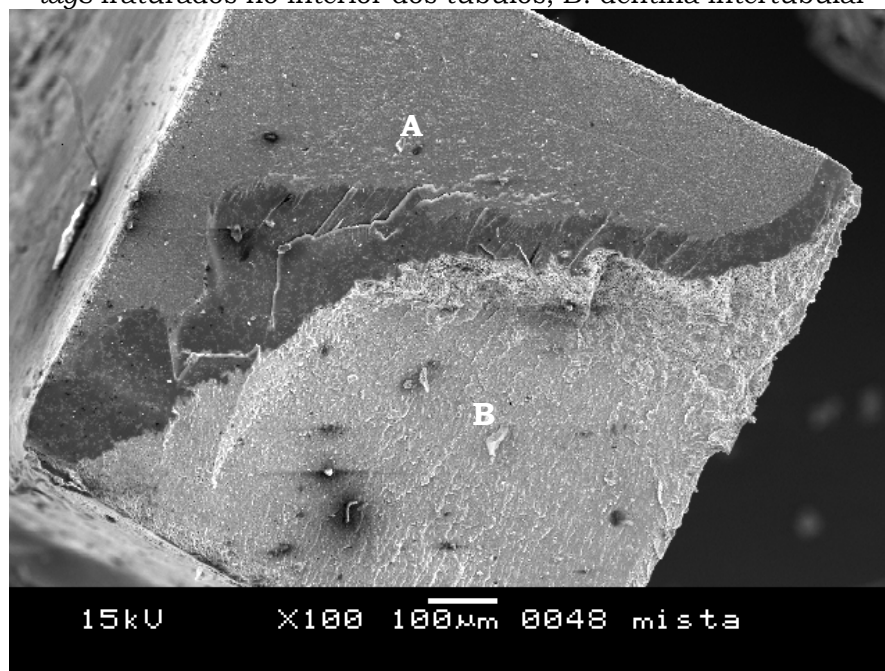


FIG. 5.3

Figura ilustrativa de falha parcial adesiva e parcial coesiva no adesivo - Padrão Tipo 2. A: sistema adesivo; B: dentina

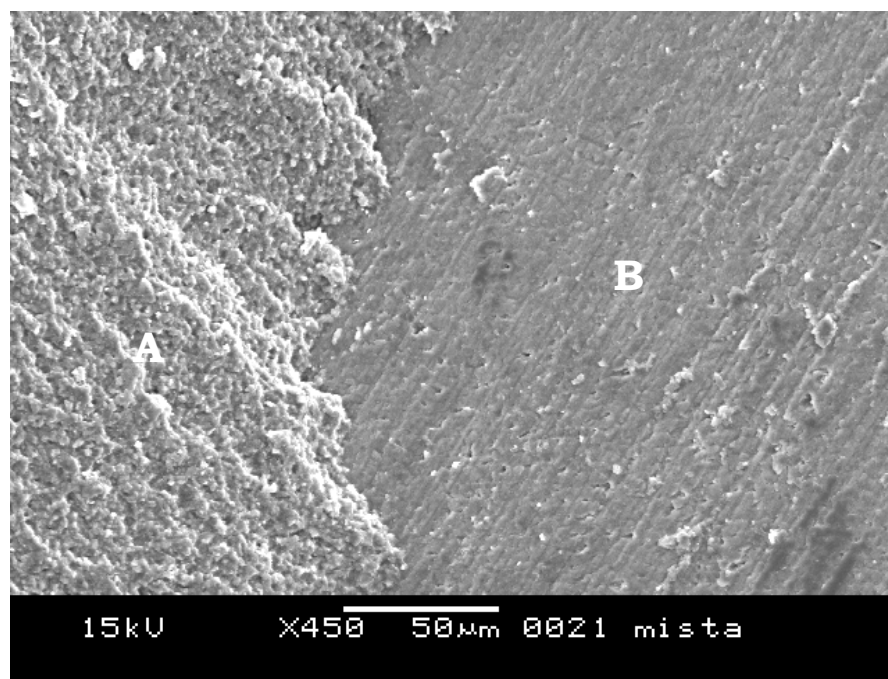


FIG. 5.4

Figura ilustrativa de falha parcial adesiva e parcial coesiva no adesivo - Padrão Tipo 2. A: sistema adesivo; B: dentina

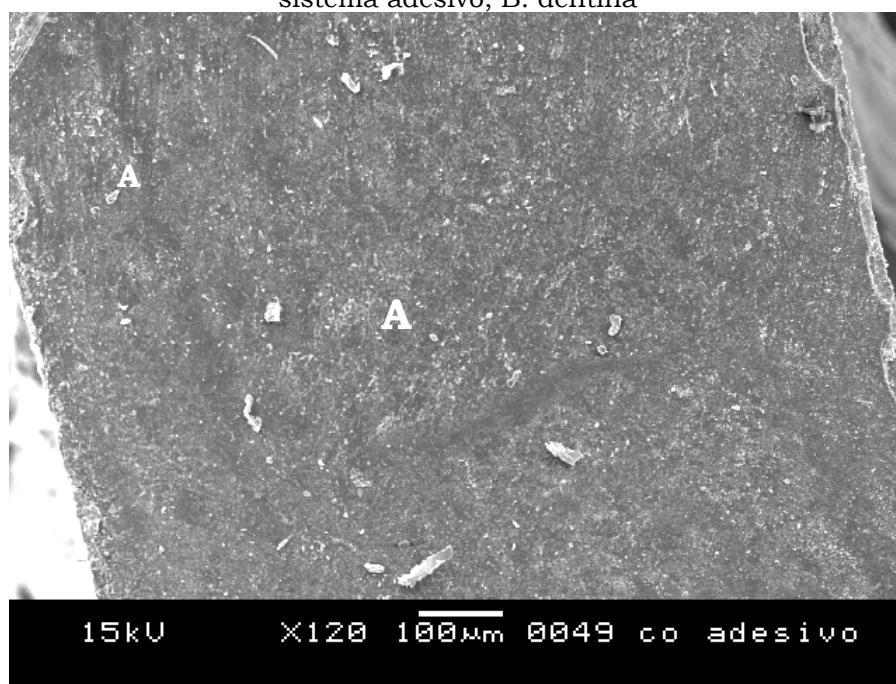


FIG. 5.5

Figura ilustrativa de falha coesiva no adesivo - Padrão Tipo 3. A: sistema adesivo

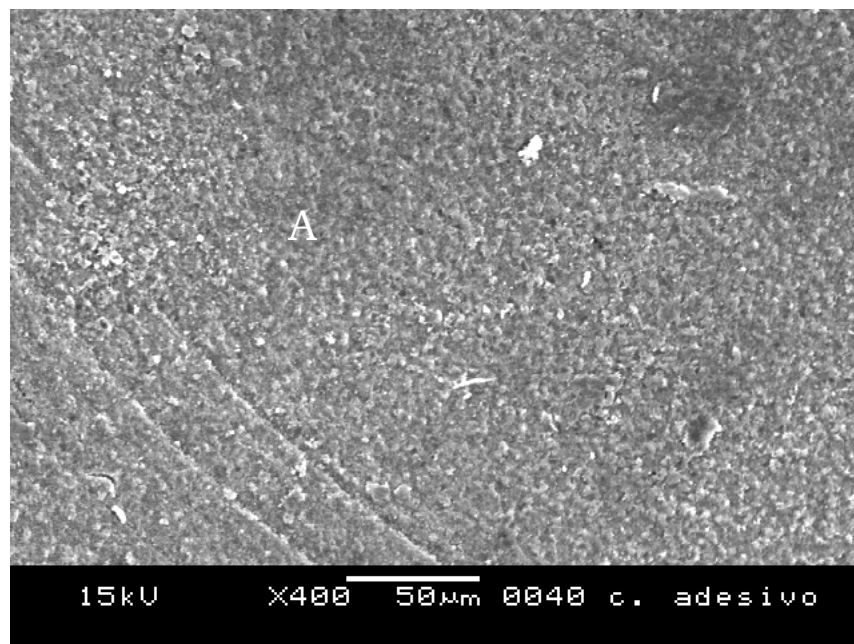


FIG. 5.6

Figura ilustrativa de falha totalmente coesiva no adesivo em maior aumento - Padrão Tipo 3. A: sistema adesivo

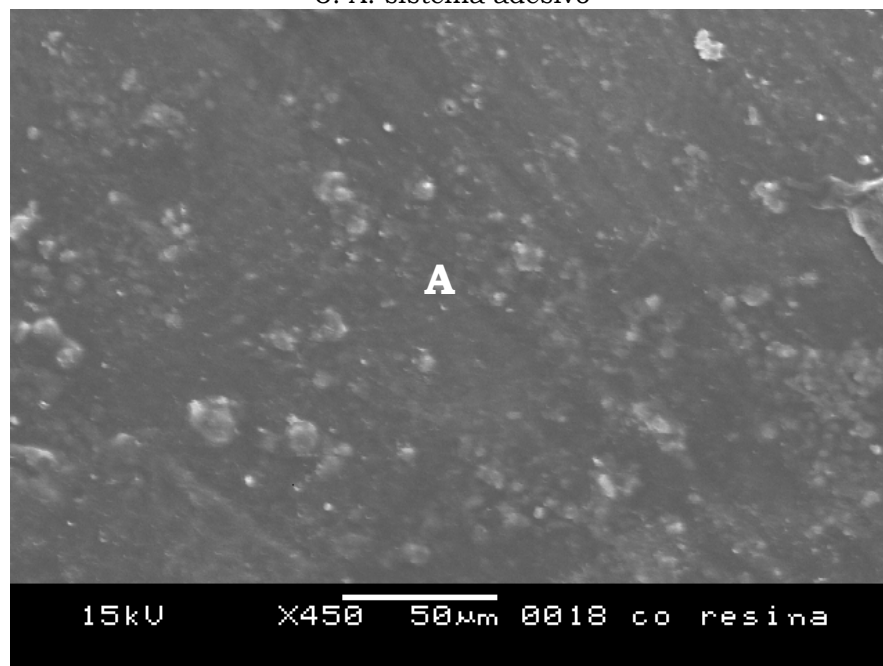
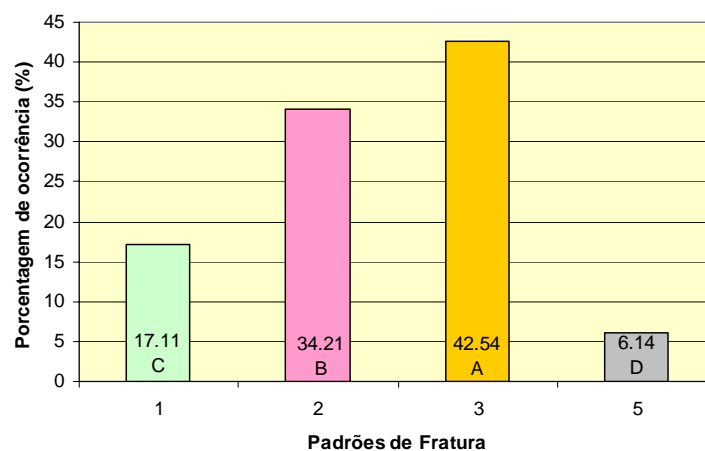


FIG. 5.7

Figura ilustrativa de falha coesiva em resina - Padrão Tipo 5. A: resina composta



A interpretação dos resultados desta análise iniciou-se com o estudo das proporções dos tipos de padrão de fratura. O estudo através do teste de qui-quadrado utilizado para avaliar a hipótese de igualdade das proporções (Anexo 10 - tabela 1), demonstrou a existência de diferenças entre todas as proporções comparadas. O gráfico 5.3 ilustra as comparações de proporções.

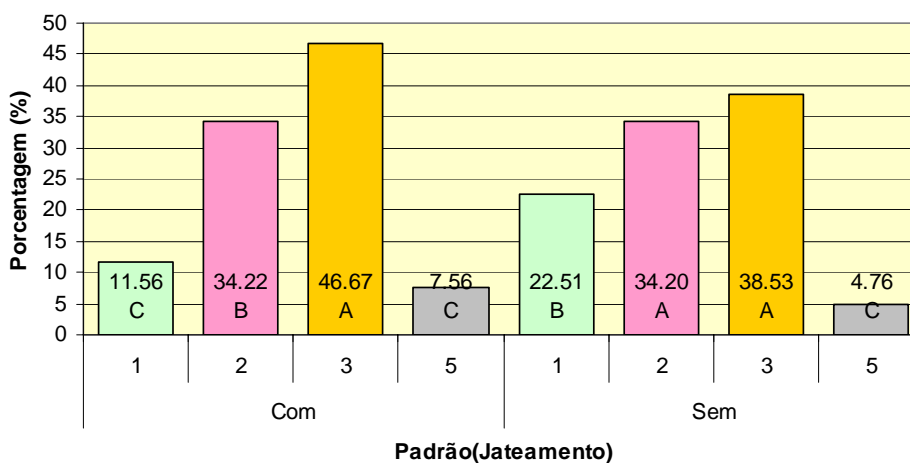


**Gráfico 5.3** Comparação de proporções de padrões de fratura pelo teste de qui-quadrado com nível de significância alfa de 5% ( $\alpha=0,05$ ).

Através do teste qui-quadrado observou-se que a proporção de fraturas do tipo 3 (totalmente coesiva no sistema adesivo) corresponde a 42,54% dos casos e é significativamente maior que a de todos os outros tipos. Constatou-se uma proporção grande de fraturas do tipo 2 (falha parcial adesiva entre o sistema adesivo e dentina e parcial coesiva no adesivo - 34,21%) inferior somente à proporção de fraturas do tipo 3.

Verificou-se ainda fraturas do tipo 1 (falha adesiva entre o sistema adesivo e a dentina - 17,11%) e, por fim, as fraturas do tipo 5 (parcialmente coesiva resina composta - 6,14%). Não ocorreram fraturas do tipo 4 (parcialmente coesiva dentina).

Após o estudo das proporções de fraturas independentemente do tipo de tratamento, avaliou-se os padrões em função dos fatores envolvidos no experimento. Através do teste de Cochran-Mantel-Haenszel (Anexo 10 - tabela 2), observou-se correlação entre a utilização do jateamento de óxido de alumínio e os padrões de fratura. O gráfico 5.4 ilustra a comparação de médias, calculadas com base no número total de amostras dos diferentes níveis do fator jateamento (Com e Sem).



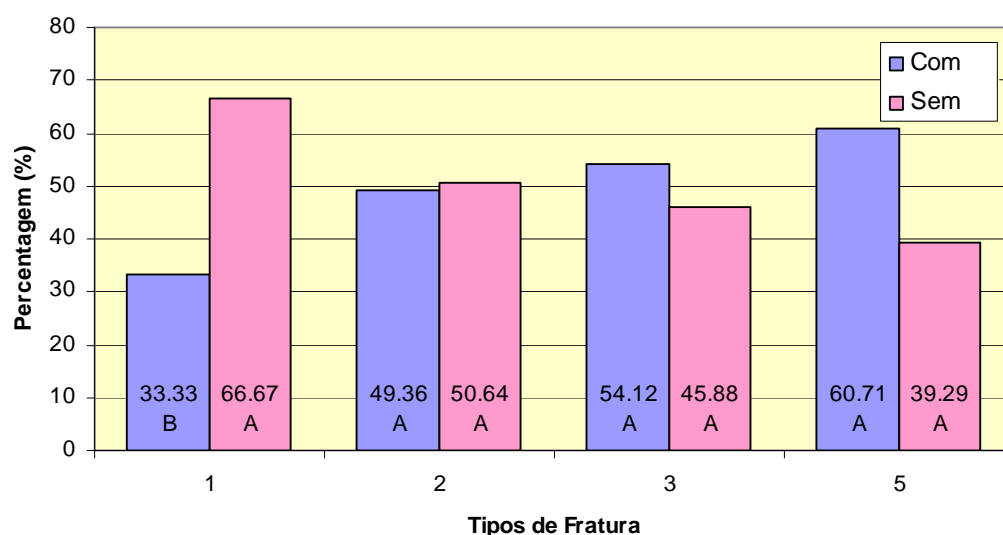
**Gráfico 5.4** Comparação das proporções dos diferentes tipos de fratura nos casos com e sem aplicação de jateamento de óxido de alumínio. Barras com letras iguais de um mesmo nível de jateamento não diferem entre si pelo teste de Qui-quadrado ( $\alpha=0,05$ )

As porcentagens demonstram que o padrão de fratura tipo 1 ocorreu em 22,51% dos casos sem jateamento em comparação a 11,56% dos casos nos quais foi aplicado o jateamento. O tipo 2 de padrão de fratura ocorreu distribuído de maneira uniforme entre os dois tratamentos de jateamento: *Com* - 34,22% e *Sem* - 34,20% dos casos. As fraturas dos tipos 3 e 5 foram mais freqüentes nas amostras que sofreram jateamento de óxido de alumínio.

No grupo em que se aplicou jateamento de óxido de alumínio, ocorreram mais fraturas do padrão tipo 3 (46,67%) sendo estas significativamente mais freqüentes do que as de todos os outros tipos. A proporção de fraturas do tipo 2 (34,22%) é significativamente maior que as fraturas dos padrões 1 e 5 que não deferiram entre si.

Para as amostras que não sofreram jateamento de óxido de alumínio, a proporção de fraturas do tipo 3 (38,53%) é maior que a de todos os outros tipos, entretanto esta proporção não é estatisticamente maior que a do tipo 2 (34,20%). As fraturas do tipo 1 correspondem a 22,51%, significativamente menos freqüentes do que as porcentagens dos padrões de fratura do tipo 2 e 3. O padrão de fratura do tipo 5 apresenta proporção 4,76% significativamente inferior a todas as demais.

Realizou-se a comparação das proporções dos níveis de jateamento dentro de cada um dos tipos de padrão de fratura (Anexo 10 – tabela 4). O gráfico 5.5 ilustra a comparação entre as proporções de fraturas.

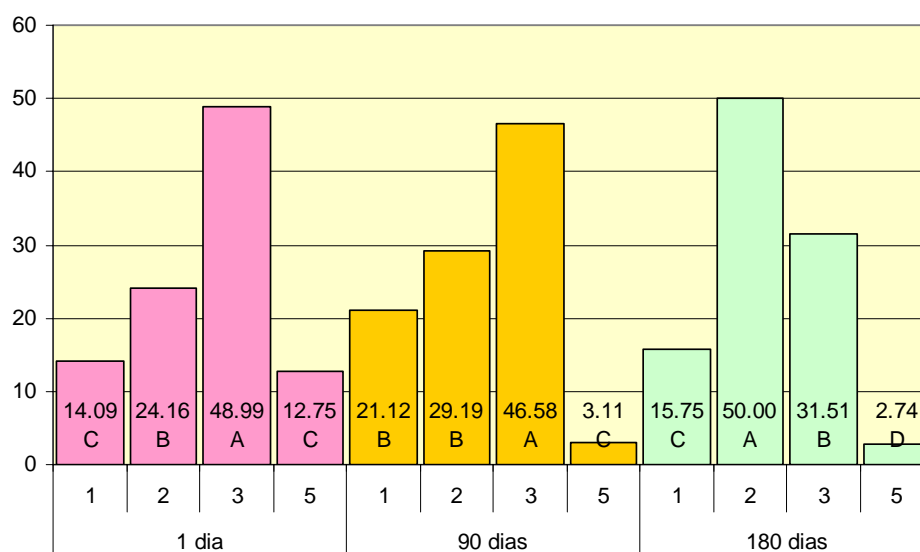


**Gráfico 5.5** Comparação entre as proporções de amostras de cada nível de jateamento em cada tipo de fratura.

Observou-se que somente as proporções de fraturas do tipo 1 diferem entre si, ou seja, o fator jateamento somente afeta significativamente as proporções deste tipo de fratura pelo teste de qui-quadrado com nível de significância de 5%. As amostras que não sofreram jateamento há maior proporção de fraturas do Tipo 1.

Realizou-se também um estudo, através do teste de Cochran-Mantel-Haenszel, para avaliar o efeito do fator tempo (anexo 10 – tabela 5).

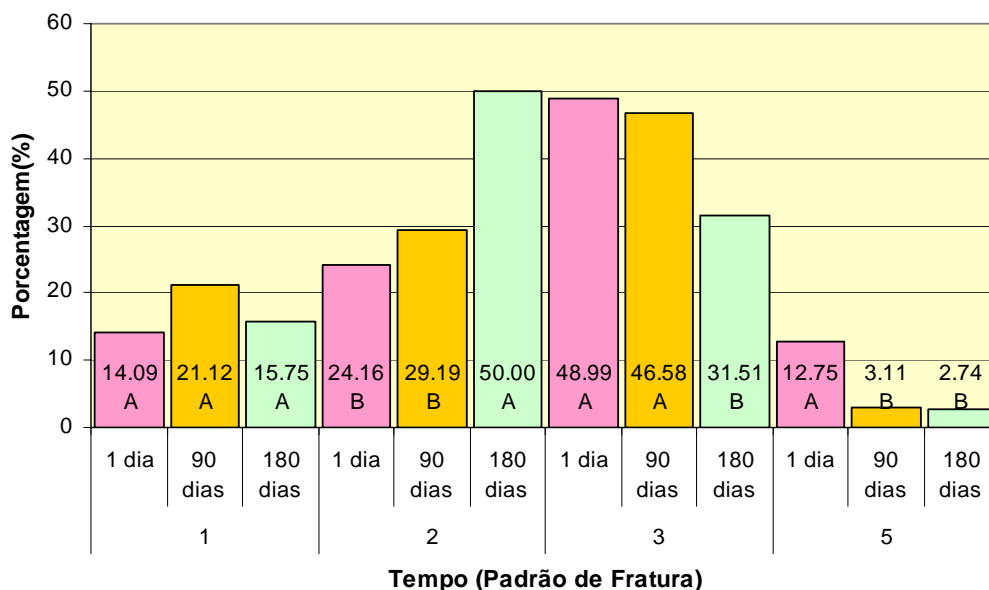
A seguir apresentam-se as comparações entre os tipos padrões de fratura em cada um dos tempos estudados. O gráfico 5.6 permite a comparação dos tipos de fraturas inserido de cada um dos tempos.



**Gráfico 5.6** Comparação entre as proporções de amostras de cada nível tempo em cada tipo de fratura. Barras com letras iguais de um mesmo tempo não diferem entre si pelo teste de Qui-quadrado ( $\alpha=0,05$ )

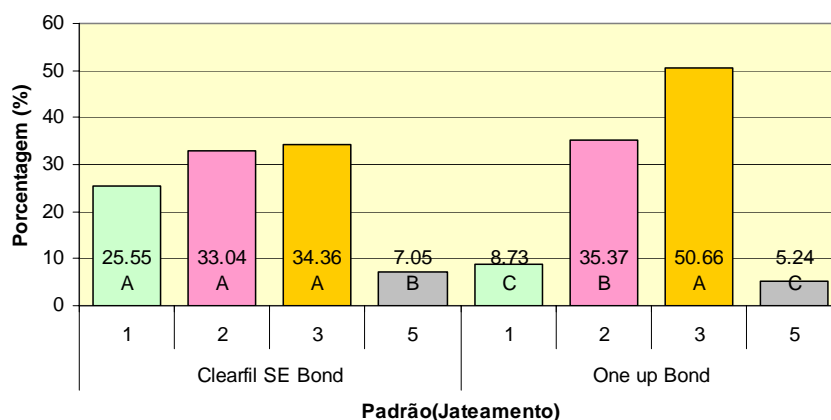
Em 1 dia, verificou-se que a proporção de fraturas do tipo 3 é significativamente maior que a proporção de fraturas de todos os demais tipos. A porcentagem de fraturas do tipo 2 é maior do que as proporções de fraturas dos tipos 1 e 5 que, por sua vez, não diferem entre si.

Após o armazenamento de 90 dias, observou-se que o padrão de fratura tipo 3 também é o mais freqüente, com proporção significativamente maior do que a dos demais padrões. As proporções de fraturas dos tipos 1 e 2 diferam entre si e são significativamente maiores do que as proporções do padrão de fratura do tipo 5. Por fim, após o período de armazenamento de 180 dias, ocorreram diferenças significativas entre todos os tipos de padrão de fratura. A proporção do padrão de fratura do tipo 2 é a maior, seguida pela proporção de fraturas dos tipos 3, 1 e, a proporção do tipo 5 é a menos freqüente. O gráfico 5.7 apresenta as comparações das proporções dos tipos de fraturas no fator Tempo.



**Figura 5.7** Comparação entre as proporções de amostras dos nível tempo em cada tipo de fratura. Barras com letras iguais de um mesmo tempo não diferem entre si pelo teste de Qui-quadrado ( $\alpha=0,05$ ).

Não há diferença entre as proporções do padrão de fratura do tipo 1 nos diversos tempos. Para os outros tipos de padrões de fratura, ocorreram diferenças das proporções; de forma que, no padrão de fratura do tipo 2 os tempos de 1 e 90 dias não diferem entre si, mas o tempo de 180 dias é significativamente superior a ambos. O padrão de fratura tipo 3, por sua vez tem iguais proporções nos tempos 1 e 90 dias, porém, freqüência significativamente inferior no tempo de 180 dias. A proporção de fraturas do tipo 5 é mais freqüente na avaliação de 24 horas em relação aos demais tempos estudados. Realizou-se a comparação dos escores do fator adesivo através do testes de Cochran-Mantel-Haenszel Anexo 10 – tabela 6). O gráfico 5.8 ilustra a comparação das freqüências, calculadas com base no número total de amostras de cada sistema adesivo.



**Gráfico 5.8** Comparação das proporções dos diferentes tipos de fratura nos dois adesivos utilizados. Barras com letras iguais de um mesmo adesivo não diferem entre si pelo teste de Qui-quadrado ( $\alpha=0,05$ ).



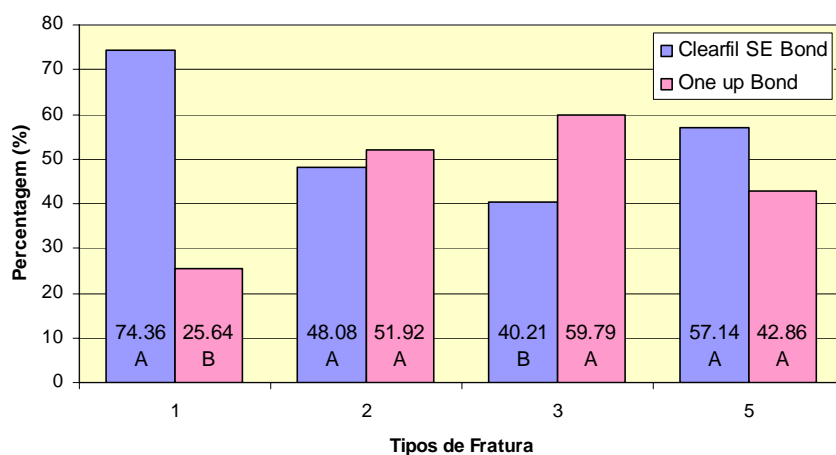
O padrão de fratura do tipo 1 ocorreu em 25,55% dos casos no sistema adesivo Clearfil SE Bond contrastando 8,73% de ocorrência no sistema adesivo One Up Bond F. O padrão de fratura tipo 2 ocorreu de maneira uniforme entre os dois adesivos, sendo 33,04% no adesivo Clearfil SE Bond e 35,37% dos casos do One Up Bond F.

As fraturas do tipo 3 foram mais freqüentes no adesivo One Up Bond F (50,66%) comparadas às fraturas do mesmo padrão no sistema do adesivo Clearfil SE Bond (34,36%). E o padrão de fratura do tipo 5 se distribuiu de maneira homogênea entre os dois adesivos correspondendo a 7,05% dos casos de fratura do adesivo Clearfil SE Bond e 5,24% do adesivo One Up Bond F.

Observa-se que para o adesivo Clearfil SE Bond a proporção de fraturas do tipo 5 é significativamente inferior a todos os demais padrões. Entre os demais tipos de fraturas (1, 2 e 3) não ocorreram diferenças.

No adesivo One Up Bond F, por sua vez, o padrão de fratura tipo 3 ocorreu em proporção significativamente maior (50,66%) que os demais, seguido pelo padrão de fratura do tipo 2 (35,37%) que apresentou proporção maior do que a dos tipos 1 e 5. Não houve diferença significativa entre a proporção do padrão de fratura dos tipos 1 e 5.

O gráfico 5.9 ilustra a comparação dos adesivos com relação a cada um dos padrões de fratura.



**Gráfico 5.9** Comparação entre as proporções de amostras de cada sistema adesivo em cada tipo de fratura.

Para o adesivo Clearfil SE Bond há maior proporção de fraturas do tipo 1; enquanto que, no adesivo One up Bond F há uma maior proporção de fraturas do tipo 3.

### *Observação da Região de União Compósito/Dentina*

As imagens em microscopia eletrônica de varredura demonstraram certa similaridade entre as camadas híbridas formadas pelos dois sistemas adesivos tanto em relação à espessura quanto à formação de *tags* e infiltração do adesivos na dentina peri e intertubular. As Figuras 5.8 e 5.12 ilustram os sistemas One Up Bond F e Clearfil SE Bond, respectivamente, aplicados à dentina com prévio jateamento de óxido de alumínio, sendo possível observar pouca formação de *tags*; e, em uma visão mais aproximada verifica-se união entre o sistema adesivo e a dentina e ausência de fendas (FIG. 5.9 e 5.13).

A observação das amostras em microscopia eletrônica de varredura demonstrou que os dois sistemas adesivos foram capazes de se unir a estrutura dental, pois não ocorreram fendas; no entanto, as camadas híbridas foram melhor visualizada em grandes aumentos, como se observa nas figuras 5.9 e 5.11 do sistema One Up Bond F e 5.13 e 5.15 do sistema Clearfil SE Bond.

As observações em microscopia eletrônica de varredura não mostraram uma discrepância significativa na camada híbrida formada com ambos sistemas adesivos utilizados nesse experimento, One Up Bond F e Clearfil SE Bond quando aplicados com ou sem jateamento de óxido de alumínio (FIG. 5.12 e 5.14); uma vez que o jateamento com óxido de

alumínio não proporcionou grande aumento da quantidade de *tags* de adesivo infiltrado na dentina, como se observa nas figuras 5.9 e 5.11 do adesivo One Up Bond F aplicado com e sem jateamento respectivamente; e, nas figuras 5.13 e 5.15 do sistema Clearfil SE Bond aplicado com e sem jateamento respectivamente.

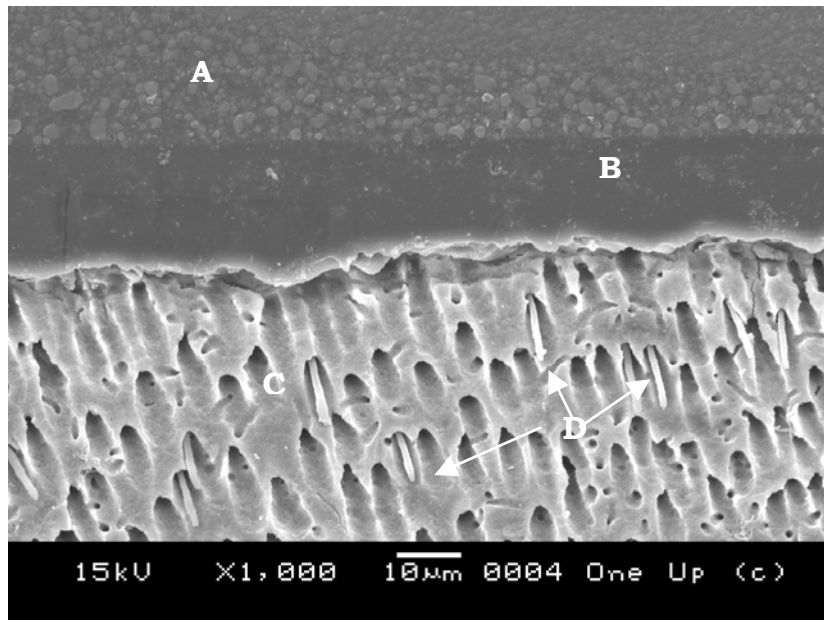


FIG. 5.8

One up Bond F Com jateamento. A – resina composta; B – sistema adesivo;  
C – dentina; D – *tags*

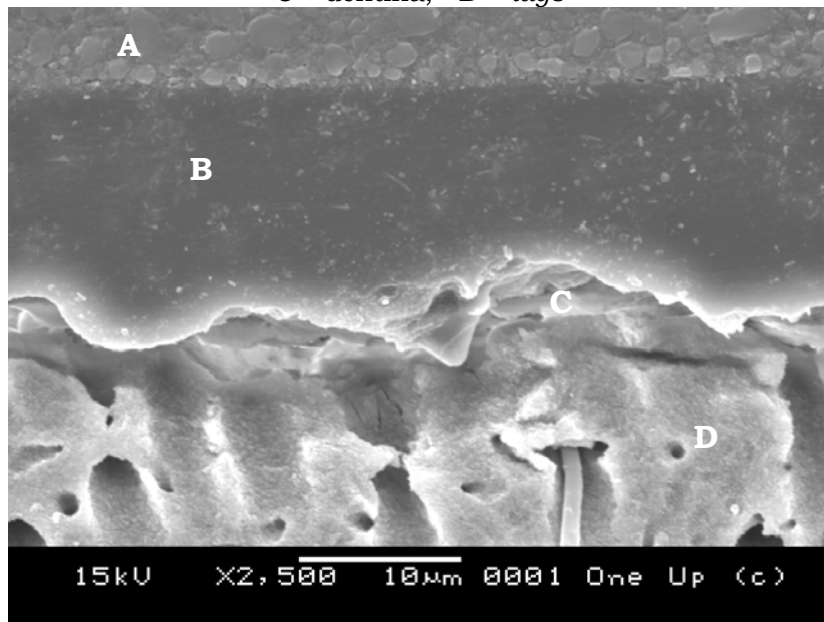


FIG. 5.9

One Up Bond F Com jateamento. A – resina composta; B – sistema adesivo; C – camada  
híbrida; D – dentina

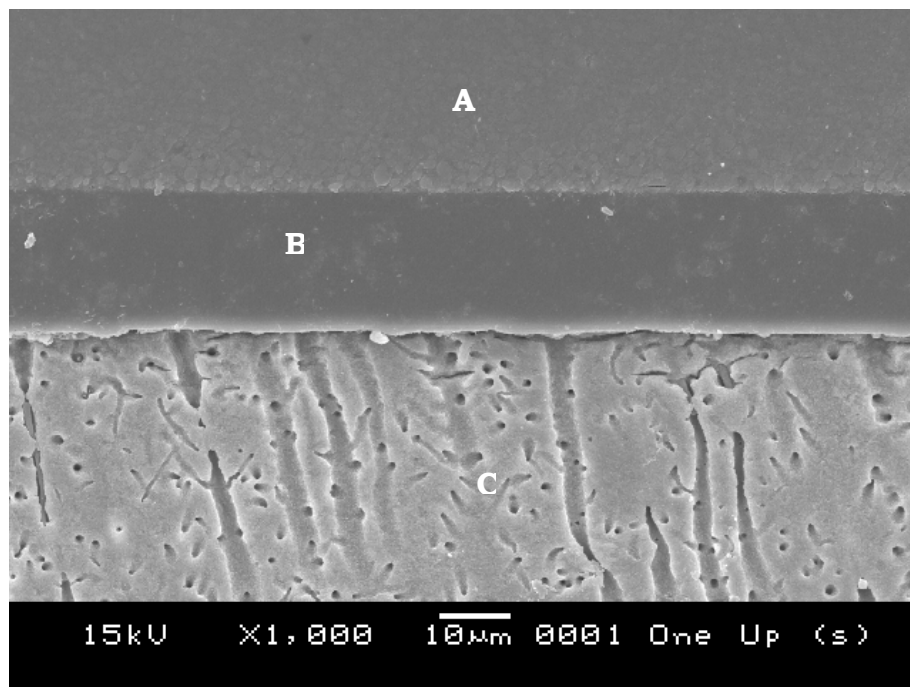


FIG. 5.10

One Up Bond F Sem jateamento. A – resina composta; B – sistema adesivo; C - dentina

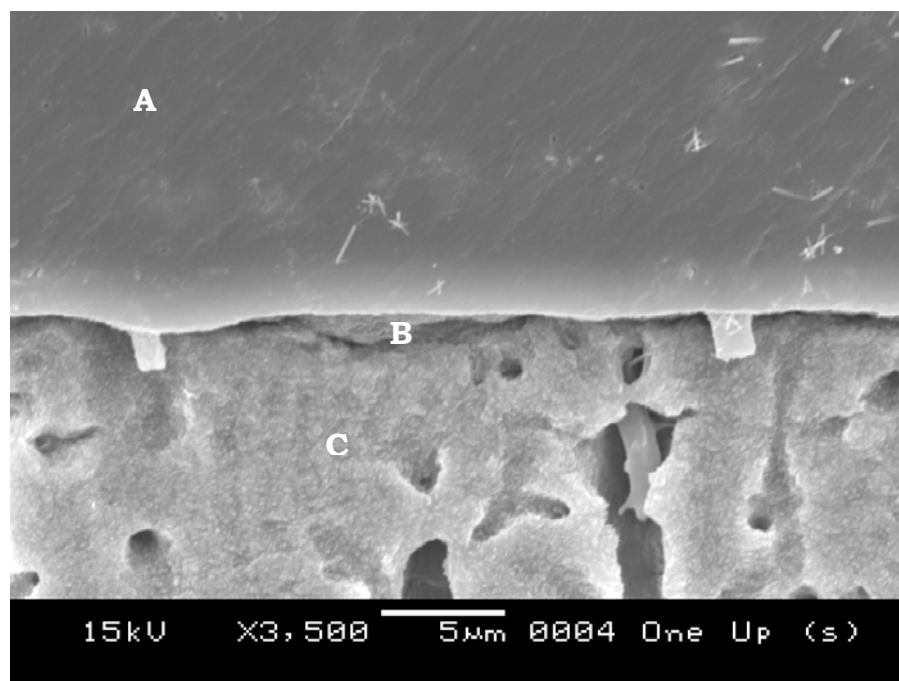


FIG. 5.11

One Up Bond F Sem jateamento. A – sistema adesivo; B – camada híbrida; C – dentina.

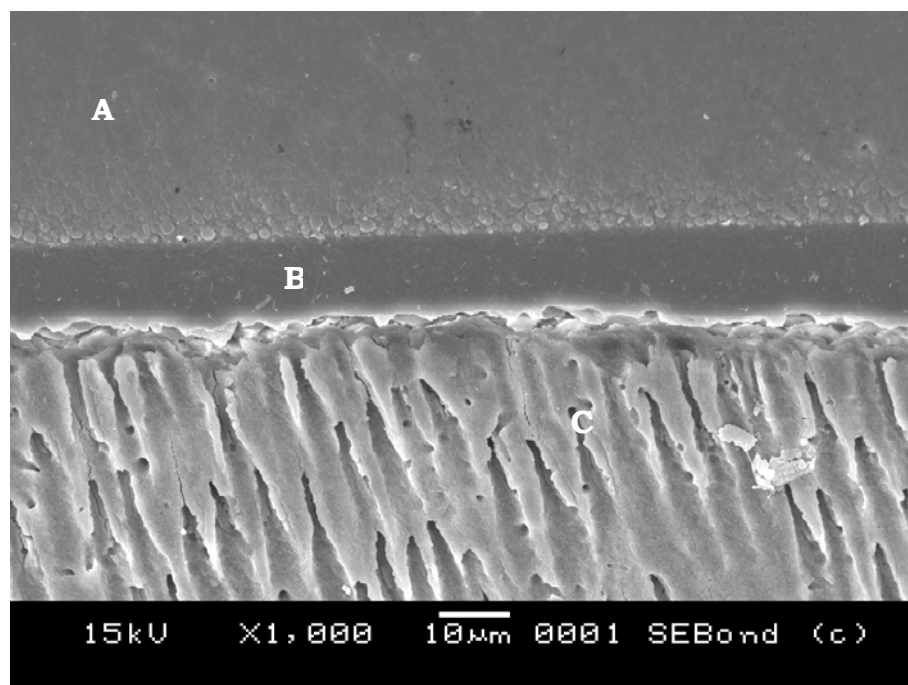


FIG. 5.12

Clearfil SE Bond Com jateamento. A – resina composta; B – sistema adesivo; C – dentina

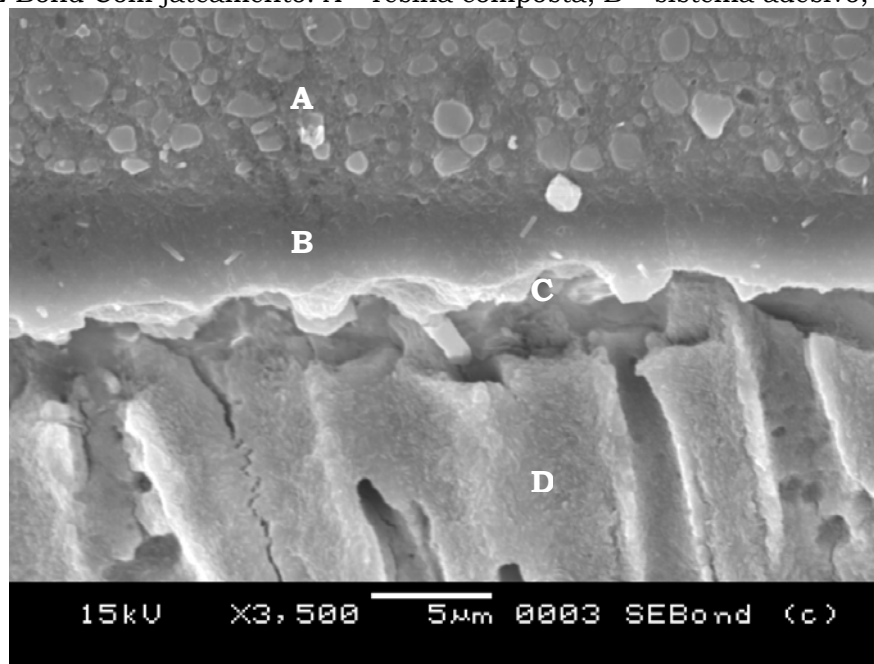


FIG. 5.13

Clearfil SE Bond Com jateamento. A – resina composta; B – sistema adesivo;  
C – camada híbrida; D - dentina

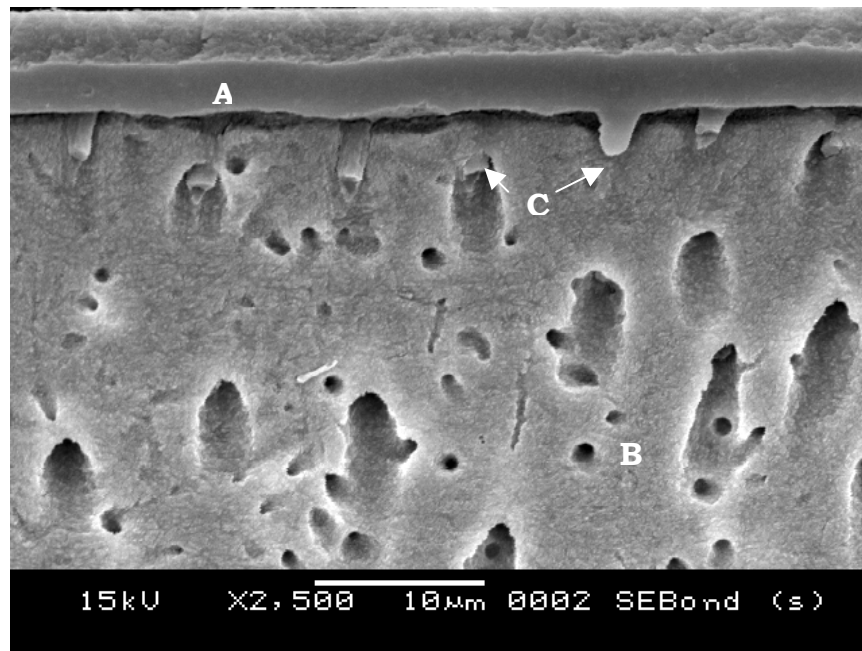


FIG. 5.14

Clearfil SE Bond Sem jateamento. A – sistema adesivo; B - dentina; C - *tags*

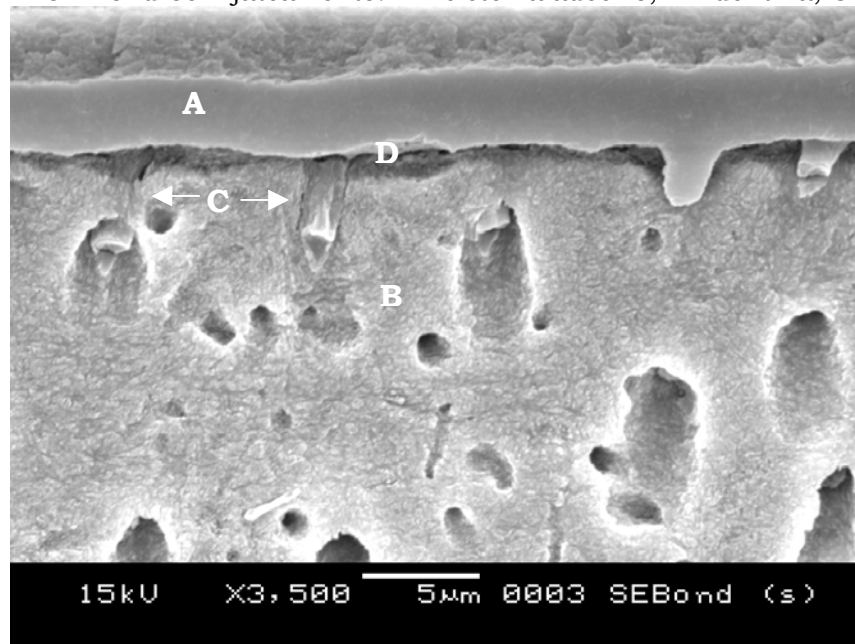


FIG. 5.15

Clearfil SE Bond Sem jateamento. A – sistema adesivo; B - dentina; C – *tags*; D – camada híbrida



## 6. DISCUSSÃO

O sucesso clínico de restaurações adesivas depende não só das características intrínsecas dos materiais envolvidos nesta restauração, como também de fatores externos relacionados, principalmente, ao substrato dentário ao qual se quer aderir (PASHLEY, 1991; VAN MEERBEEK *et al.*, 1998). A união ao esmalte tem sido satisfatória visto que, por ser um tecido mineralizado com pequena presença de matéria orgânica e água, a união de substâncias hidrófobas como adesivos resinosos é facilitada; assim, muitas vezes constata-se a ausência de microinfiltração em esmalte independentemente da classificação do sistema adesivo em teste (SWIFT JR., PERDIGÃO & HEYMANN 1995; SETTEMBRINI *et al.*, 1997).

O substrato dentinário diferencia-se por ter uma morfologia mais complexa. Envolve uma comunicação direta com a polpa através dos túbulos dentinários, caracteriza-se pela umidade e pela presença de material protéico e possui, no interior de seus túbulos dentinários, prolongamentos odontoblásticos e terminações nervosas (PASHLEY, 1991). A dentina constitui-se um tecido mais complexo que desafia o desenvolvimento de sistemas que não permitam a infiltração de fluidos e bactérias pela interface dente/restauração.

Testes de cisalhamento e tração são largamente utilizados para verificar a união aos substratos dentários e essas avaliações são, em sua maioria, realizadas 24 horas após a confecção dos espécimes; no entanto, neste período não se pode verificar o efeito do tempo em qualquer mudança ou alteração da interface resina/dentina (KITASAKO *et al.* 2000, BURROW, SATOH & TAGAMI, 1996). Dessa maneira, observa-se a necessidade de se avaliar o comportamento de sistemas adesivos em longo prazo. Alguns autores encontraram diminuição da força adesiva após o armazenamento das amostras. GWINNETT & YU, em 1994, armazenaram os espécimes em água por 24 horas e seis meses e verificaram que a resistência ao cisalhamento decaiu entre 25 a 50% neste período. BURROW SATOH & TAGAMI, em 1996, observaram a influência do armazenamento em amostras realizadas com e sem utilização do *primer* e verificaram que, inicialmente, a utilização do *primer* dobrou a força adesiva e a manteve estável no primeiro ano; porém, após 3 anos de armazenamento, a resistência de união encontrava-se similar àquela do grupo controle (sem a utilização do *primer*). HASHIMOTO e colaboradores, em 2003, também verificaram queda na força de resistência à microtração de sistemas adesivos avaliados após 6 e 12 meses de estocagem em água.

Por outro lado, estudos da durabilidade de adesão requerem o controle de algumas variáveis. O crescimento bacteriano e o pH da solução precisam ser controlados para que não ocorram alterações dos resultados

(BURROW, SATOH & TAGAMI 1996), substâncias estabilizadoras de pH e antimicrobianas são empregadas; porém, a utilização dessas substâncias pode alterar os valores da resistência de união. KITASAKO e colaboradores, em 2000, avaliaram a influência dos meios de armazenamento na resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos e verificaram que a troca freqüente dos mesmos pode acelerar o processo de degradação da interface e é uma maneira simples e barata de se evitar o uso de substâncias antimicrobianas. A troca diária dos meios de armazenamento pode induzir a perda de cálcio da dentina resultando na exposição do colágeno e esse fato pode ser importante na hidrólise de fibras colágenas não protegidas. Quando não se altera a solução de armazenamento, mesmo contendo conservantes, forma-se um equilíbrio iônico entre a dentina e a solução, prejudicando a degradação da interface (KITASAKO *et al.*, 2000).

Um outro fator importante a ser considerado nas avaliações de durabilidade adesiva é o tamanho da amostra armazenada (OKUDA *et al.* 2001 e 2002). Sabe-se que a difusão da água pela interface para o interior de uma amostra é lenta; seriam necessários muitos anos para que ocorresse degradação da interface em uma amostra de 3 a 4 mm de diâmetro (NAKAJIMA *et al.*, 2003). Por essa razão, SHONO *et al.*, em 1999, verificaram os efeitos do armazenamento de amostras de 1 mm<sup>2</sup> de área

aderida por três meses e concluíram que essa metodologia poderia acelerar a degradação da interface adesiva e auxiliar nos testes de longevidade.

Dessa maneira, neste estudo foram armazenados os espécimes de microtração (“palitos”) de cada dente, separadamente, em água destilada trocada diariamente por um período de 3 e 6 meses.

Os sistemas adesivos auto-codicionantes são atraentes porque sua técnica não requer o condicionamento ácido das estruturas dentais, já que os mesmos removem ou modificam e incorporam a *smear layer* e penetram na superfície dentinária ao mesmo tempo (TAY *et al.*, 2002a, GORDAN *et al.* 1997). A principal vantagem destes sistemas é a penetração do monômero resinoso em toda a extensão da dentina desmineralizada, evitando a presença de colágeno sem proteção e susceptível à degradação; e, ainda, contornam as desvantagens da subjetividade da lavagem e secagem dentinária após o condicionamento ácido, que são necessárias em sistemas adesivos de múltiplos frascos (MIYAZAKI, IWASAKI E ONOSE, 2002b; MIYAZAKI *et al.*, 2001).

Os sistemas autocondicionantes são soluções hidrófilas efetivas em penetrar na superfície dentinária. O efeito do condicionamento que estes sistemas efetuam está correlacionado a monômeros ácidos ou soluções ácidas orgânicas (por exemplo, éster fosfato e ácido carboxílico) que interagem com o componente mineral dos dentes e permitem a penetração do monômero (TOLEDANO *et al.*, 2001)

Neste estudo não ocorreram diferenças estatísticas significativas entre a resistência à microtração dos sistemas adesivos Clearfil SE Bond e One Up Bond F (tabela 5.1), independentemente do tratamento dentinário, (com e sem jateamento de óxido de alumínio) e do tempo de armazenamento. O sistema Clearfil SE Bond é composto pelos monômeros MDP e HEMA; já o adesivo One Up Bond F possui os monômeros MAC 10 e HEMA, o solvente dos dois sistemas é água e ambos possuem monômeros metacrilatos e carregamento inorgânico. Dessa maneira, percebe-se que os sistemas possuem semelhanças de composição, como o HEMA, o solvente e a carga, pertencem ao mesmo grupo de classificação (autocondicionantes) e promovem camadas híbridas parecidas (FIG. 5.11 e 5.15); provavelmente, estes fatores são implicantes na semelhança do comportamento dos mesmos frente ao teste de microtração, mesmo após o período de armazenamento.

TANUMIHARJA *et al.*, em 2000, avaliaram sete diferentes sistemas adesivos e também não verificaram diferenças entre as médias de resistência à microtração de sistemas adesivos autocondicionantes. TAKAHASHI *et al.*, em 2002, avaliaram adesivos com primer ácido com e sem carga, e apesar de não encontrarem diferenças entre as médias de resistência à tração, relataram que a presença de carga no sistema adesivo melhora as características mecânicas dos mesmos, possibilitando maior

resistência da união frente as tensões geradas pela contração de polimerização do compósito.

ASMUSSEN & PEUTZFELDT, em 2003, compararam um sistema autocondicionante de aplicação única (Prompt L-Pop - 3M/ESPE) com sistemas convencionais através do teste de cisalhamento por um período de um ano de armazenamento e relataram melhor estabilidade do sistema de única aplicação que manteve as médias de resistência ao cisalhamento durante o todo tempo do estudo.

No entanto, alguns autores (TOLEDANO *et al.*, 2001; MIYAZAKI *et al.*, 2001) observaram que sistemas de aplicação única obtiveram menores médias de resistência ao cisalhamento comparados aos sistemas autocondicionantes de dois passos de aplicação. Porém, as microscopias eletrônicas de varredura do trabalho de MIYAZAKI *et al.*(2001) indicaram formação de camadas híbridas adequadas para os sistemas de aplicação única.

Por outro lado, os sistemas adesivos influenciaram significativamente os padrões de fratura. Observou-se, neste trabalho, que o sistema Clearfil SE Bond obteve três vezes mais fraturas adesivas do que o sistema One Up Bond F. E o último, por sua vez, foi responsável por metade das fraturas coesivas no adesivo (gráficos 5.8 e 5.9).

Sabe-se que o flúor tem uma atividade anticariogênica e que incorporado à estrutura dental aumenta sua resistência ao meio ácido

(OKUDA *et al.*, 2002). Alguns autores demonstraram que era possível detectar a presença de flúor na camada híbrida e na dentina subjacente aderida à materiais que liberavam flúor imersos em água (FERRACANE, MITCHEM E ADEY, 1998). Especula-se que o flúor previne a degradação dos fosfatos de cálcio intrínsecos da camada híbrida que tenderiam a se solubilizar em longo prazo, resultando em união estável à dentina com o passar do tempo (NAKAJIMA *et al.*, 2003). É possível que a presença do vidro de aminosilicato de flúor na composição do sistema adesivo One Up Bond F possa ter prevenido a perda de mineral residual da *smear layer* que foi incorporada à camada híbrida ocasionando menor número de falhas adesivas. Na aplicação do sistema One Up Bond F, segundo o fabricante, não há remoção do excesso do mesmo, podendo ocasionar espessura da camada do adesivo maior comparada ao sistema Clearfil SE Bond; devido a isso e, associado à formação de uma camada híbrida fortalecida pela presença do flúor, o sistema One Up Bond F obteve maior porcentagem de fraturas coesivas no adesivo, apesar de as fraturas adesivas terem aumentado, e as falhas coesivas no adesivo diminuído com o passar do tempo. As falhas adesivas do sistema Clearfil SE Bond podem ter sido influenciadas pela lenta degradação da camada híbrida no período de estocagem (NAKAJIMA *et al.*, 2003).

As observações em microscopia eletrônica de varredura demonstraram que os sistemas One Up Bond F e Clearfil SE Bond

formaram camadas de dentina infiltrada por resina com pequena espessura e pouca frequência de *tags*, porém foram capazes de remover a *smear layer* e penetrar a dentina subjacente. YOSHIYAMA *et al.* (1998) descreveram espessuras semelhantes de camadas híbridas de sistemas autocondicionantes como o Clearfil Liner Bond 2V. Esses achados corroboram com MIYAZAKI, IWASAKI & ONOSE, 2002b, e com HASHIMOTO *et al.* (2003a) que avaliaram o sistema One Up Bond F e observaram, através de microscopia eletrônica de varredura, a habilidade dos sistemas de aplicação única de dissolver a *smear layer* e penetrar a superfície dentinária.

A abrasão da dentina com óxido de alumínio é utilizada para remover cáries, restaurações deficientes e produzir superfícies dentais mais rugosas e o aumento da rugosidade da superfície dentinária pode beneficiar a adesão (CHAVES, GIANINNI, AMBROSANO, 2002; COLI *et al.*, 1999). O jateamento dentinário com óxido de alumínio obteve um efeito significativo somente para o sistema adesivo Clearfil SE Bond na avaliação após três meses de armazenamento; porém, as médias de resistência à microtração dos dois sistemas adesivos também foram maiores nos grupos em que se aplicou jateamento após três e seis meses de armazenamento, embora essa diferença não tenha sido estatisticamente significativa (tabela 5.2).



Alguns autores não verificaram melhora na força de adesão de sistemas adesivos após a utilização de jateamento de óxido de alumínio (PILO *et al.*, 2001, FRAUNHOFER *et al.*, 2000); no entanto, os mesmos realizam aplicação de óxido de alumínio prévio à aplicação de sistemas adesivos com condicionamento ácido total. Provavelmente, o ácido fosfórico a 37% removeu as rugosidades criadas pela abrasão com óxido de alumínio juntamente com o mineral da estrutura dental, anulando o efeito do jateamento.

O intuito do pré-tratamento dentinário com óxido de alumínio neste trabalho não foi o de buscar uma alternativa ao condicionamento ácido como ROEDER *et al.*, em 1995, e RINAUDO, COCHRAN & MOORE, em 1997, quando concluíram que o jateamento de óxido de alumínio deve ser sempre utilizado com condicionamento ácido, e sim buscar uma associação entre remoção mecânica da *smear layer* através do óxido de alumínio e remoção química através do baixo pH dos sistemas adesivos.

Somente o trabalho de CHAVES, GIANINNI & AMBROSANO, em 2002, verificou o efeito do jateamento com óxido de alumínio em sistemas adesivos autocondicionantes, sendo que os resultados não demonstraram diferenças estatisticamente significativas entre aplicação ou não do jateamento; porém, as médias de resistência à microtração para o sistema Clearfil Megabond foram maiores quando da aplicação deste pré-tratamento dentinário, apesar de não ter sido realizada uma avaliação a

longo prazo como neste estudo, em que as médias de adesão do Clearfil SE Bond com jateamento foram significativamente melhores após três meses de armazenamento. Supõe-se que o aumento da área de contato dos sistemas adesivos com a superfície mais rugosa da dentina após o jateamento de óxido de alumínio, associado à ação dos sistemas adesivos possa ter proporcionado médias mais altas na resistência adesiva à microtração.

Os resultados também demonstraram que o jateamento influenciou o padrão de fratura; uma vez que nos grupos nos quais se aplicou jateamento, 46,67% das fraturas foram coesivas no adesivo, porcentagem significativamente maior do que as dos outros padrões de fratura. Nos grupos sem jateamento não houve diferença entre a porcentagem de fraturas coesivas no adesivo e mistas (parcialmente coesivas no adesivo e parcialmente adesivas). Observou-se, ainda, que 66,67% das fraturas adesivas ocorreram quando não se utilizou jateamento de óxido de alumínio (gráficos 5.4 e 5.5).

LOS & BARKMEIER, em 1994, também verificaram maior frequência de falhas coesivas nas superfícies jateadas com óxido de alumínio após o teste de cisalhamento e relataram aumento de rugosidade nas superfícies em que aplicou-se óxido de alumínio, comparadas àquelas que sofreram desgaste com lixa de carbureto de silício com granulação 600. HANNING & FEMERLING, em 1998, verificaram que, apesar de não influenciar na

resistência adesiva de sistemas convencionais, o jateamento com óxido de alumínio diminuiu significativamente a espessura da fenda marginal nos espécimes em que foi aplicado (espessura de 1,1 – 3,6  $\mu\text{m}$  no grupo controle e 0,3 – 1,4  $\mu\text{m}$  nos grupos com jateamento).

A associação do jateamento dentinário com óxido de alumínio aos sistemas adesivos autocondicionantes influenciaram positivamente os padrões de fratura, uma vez que, neste caso, quase metade das fraturas foram coesivas no adesivo. Fraturas coesivas no adesivo representam integridade da camada híbrida subjacente ao adesivo mantendo a dentina protegida. Ao contrário, falhas adesivas denotam uma ruptura na interfase de união entre dentina/resina caracterizada por túbulos dentinários abertos e dentina intertubular com fibras colágenas sem proteção de minerais (cristais de hidroxiapatita).

Estudos de longevidade de restaurações adesivas são importantes para demonstrar informações a respeito de materiais sujeitos a difusão de água pela interface formada com a estrutura dental (MIYAZAKI *et al.*, 2002a); assim, a durabilidade da união de sistemas adesivos à estrutura dental é crucial para que restaurações adesivas não falhem com o passar do tempo (SANO *et al.*, 1999). Os resultados demonstraram diminuição da força adesiva nos diferentes tempos de avaliação, dependendo do sistema adesivo utilizado e da aplicação ou não de jateamento (tabela 5.4).

Verificou-se que, para os dois sistemas adesivos, a aplicação do jateamento manteve as médias de resistência à tração semelhantes nas avaliações 24 horas e 90 dias; porém, ocorreu diminuição da força adesiva após 180 dias de armazenamento para os dois sistemas, independentemente da aplicação de óxido de alumínio.

A degradação da interface vem sendo observada em estudos *in vitro* (LI, BURROW & TYAS, 2001; ARMSTRONG *et al.* 2003; MUNCH *et al.*, 2003;) e *in vivo* (SANO *et al.*, 1999; HASHIMOTO *et al.* 2001; HASHIMOTO *et al.*, 2003); sua causa tem sido atribuída à hidrólise de fibras colágenas desmineralizadas que não foram totalmente protegidas por adesivo e também à hidrólise dos monômeros infiltrados na dentina através da difusão de água pelos canais de nanoinfiltração que aumentam de tamanho com o passar do tempo (SANO *et al.*, 1999; OKUDA *et al.*, 2001 e 2002; GÚZMAN-ARMSTRONG, ARMSTRONG & QIAN, 2003).

Os sistemas autocondicionantes são compostos por monômeros hidrófilos ácidos, água, HEMA (hidroxi etil metacrilato) e dimetacrilatos bifuncionais. Um aumento na concentração de monômeros ácidos é necessário para dissolver a *smear layer* e condicionar a dentina subjacente e a água é utilizada como meio de ionização destes componentes resinosos ácidos. O HEMA é acrescentado como um “solvente” pois alguns dos monômeros ácidos não são solúveis em água diretamente (TAY *et al.* 2002a). No entanto, quando o HEMA é polimerizado na presença de água

ocorre a formação de “hidrogel” que é poroso. Após um procedimento adesivo, com sistemas autocondicionantes, apesar da evaporação do solvente, há presença residual de água porque a mesma está ligada quimicamente ao HEMA, então ocorre a formação de “hidrogel” na superfície da camada híbrida após a polimerização do adesivo, resultando em nanoinfiltração devido a porosidade do “hidrogel”. A presença destes poros de infiltração nanométricos tornam a camada híbrida de sistemas adesivos autocondicionantes permeável à movimentação de água e íons (LI, BURROW & TYAS, 2001; TAY *et al.*, 2002a; TAY *et al.*, 2002c; TAY, PASHLEY & YOSHIYAMA, 2002b; TAY & PASHLEY, 2003). Dessa maneira, a degradação da interface pode não ter sido causada, necessariamente, por discrepâncias entre as profundidades de desmineralização e infiltração do monômero resinoso e sim, pela presença de áreas permeáveis em uma matriz polimerizada, na qual a água não foi totalmente removida, resultando em regiões de polimerização incompleta e/ou na formação de “hidrogel”.

O armazenamento das amostras também influenciou o padrão de fratura; uma vez que, com o passar do tempo, houve queda nas porcentagens de fraturas coesivas no adesivo e um aumento nas porcentagens de fraturas mistas (parcialmente coesivas no adesivo/parcialmente adesivas. Verificou-se, também, que a frequência das fraturas coesivas na resina diminuíram significativamente entre as

avaliações 24 horas e ou outros tempos de armazenamento (gráficos 5.6 e 5.7). Esses achados corroboram com os de OKUDA *et al.*, em 2002, que também verificaram que para os sistemas adesivos Clearfil Liner Bond 2V e Fluorobond há uma tendência de diminuição de falhas coesivas no adesivo e de aumento de fraturas adesivas com o passar do tempo. MUNCK e colaboradores, em 2003, também descreveram este quadro num experimento com sistemas adesivos convencionais armazenados por 4 anos. Portanto, a degradação da interface provavelmente influenciou a diminuição das médias de resistência à tração e o aumento da porcentagens de fraturas parcialmente adesivas e parcialmente coesivas no adesivo.

Não foram observadas fraturas coesivas na dentina em nenhum espécime, fato que também não ocorreu com TANUMIHARJA em 2000. SANO e colaboradores, em 1994, demonstraram, através do teste de microtração, que a resistência coesiva da dentina alcançava valores em torno de 104 MPa. Dessa maneira, se a resistência coesiva da dentina é maior do que as resistências coesivas dos sistemas adesivos, e do que as forças adesivas, possivelmente as fraturas podem não ocorrer na dentina.

Portanto, conclui-se que, sistemas adesivos associados a pré-tratamentos dentinários e testes de longevidade, fatores verificados neste estudo, podem influenciar significativamente os procedimentos adesivos; no entanto, ainda muitas outras variáveis podem ter efeitos positivos ou

negativos na adesão entre sistemas adesivos e a estrutura dental, que ainda enfrenta o desafio de manter-se estável e duradoura.

## 7. CONCLUSÃO

- O prévio jateamento dentinário com óxido de alumínio não influenciou as médias de resistência à tração dos sistemas adesivos nos diferentes tempos de avaliação, exceto para o sistema adesivo Clearfil SE Bond que, após três meses de armazenamento, que obteve médias superiores de adesão à dentina quando utilizado com jateamento com óxido de alumínio.
- Não ocorreram diferenças estatísticas significativas entre as médias de resistência à tração dos dois sistemas adesivos utilizados com e sem jateamento de óxido de alumínio nos diferentes tempos de armazenamento.
- O armazenamento das amostras influenciou as médias de resistência à tração, uma vez que a força de união à dentina diminuiu significativamente quando se comparou os tempos de avaliação 24 horas e 180 dias para os dois sistemas adesivos.
- Ocorreram diferenças significativas na frequência de todos os tipos de padrão de fratura, sendo fraturas do tipo 3 (totalmente coesiva no sistema adesivo) as mais frequentes, seguidas pelas fraturas do tipo 2



(falha parcial adesiva entre o sistema adesivo e dentina e parcial coesiva no adesivo); depois fraturas do tipo 1 (falha adesiva entre o sistema adesivo e a dentina) e, finalmente, pelas fraturas do tipo 5 (parcialmente coesiva resina composta). A interação entre os fatores em estudo, sistemas adesivos, jateamento com óxido de alumínio e armazenamento, influenciaram significativamente a ocorrência dos tipos de padrão de fratura.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS<sup>Ω</sup>

01. ARMSTRONG S.T. *et al.* Microtensile bond strength of a total etch 3-step, total etch 2-step, self etch 2-step, self etch 1-step dentin bonding systems through 15 month water storage. **J Adhes Dent**, Berlin, v.5, n.1, p.47-56, 2003.
02. ASMUSSEN E., PEUTZFELDT A. Short and long term bonding efficacy of a self-etching, one step adhesive. **J Adhes Dent**, Berlin, v.5, n.1, p.41-45, 2003.
03. BARKMEIER W.W., COOLEY R.L. Laboratory evaluation of adhesive systems. **Oper Dent**, Seattle, suppl.5, p.50-61, 1992.
04. \_\_\_\_\_, HAMMESFAHR P.D., LATTA M.A. Bond Strength of Composite to enamel and dentin using Prime & Bond 2.1. **Oper Dent**, Seattle, v.24, p.51-56, 1999.
05. BOUILLAGUET S. *et al.* Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. **J Dent**, Oxford, v.29, p.55-61, 2001.
06. BUONOCORE M. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **J Dent Res**, Washington, v.34, n.6, p.849-853, 1955.
07. BURROW M.F., SATOH M., TAGAMI J. Dentin bonding durability after three

---

<sup>Ω</sup> De acordo com a NBR-6023, de 1989, da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). Abreviaturas dos periódicos em conformidade com o Medline.

- years using a dentin bonding agent with and without priming. **Dent Mat**, Washington, v.12, p.302-307, 1996.
08. CHAVES P., GIANINNI M., AMBROSANO G.M.B. Influence of smear layer pretreatments on bond strength to dentin. **J Adhes Dent**, Berlin, v.4, n.3, p.191-196, 2002.
  09. COLI P. *et al.* *In vitro* dentin pre treatment: Surface roughness and adhesive shear bond strength. **European J of Oral Sci**, Copenhagen, v.107, p.400-413, 1999.
  10. DUKE E.S. Adhesion and its application with restorative materials. **Dent Clin North Am.**, Philadelphia, v.37, n.3, p.329-340, 1993.
  11. FERRACANE J.L., MITCHEM J.C, ADEY J.D. Fluoride penetration into the hybrid layer from a dentin adhesive. **Am J Dent**, San Antonio, v.11, n.1, p.23-28, 1998.
  12. FINGER W.J., FRITZ U. Laboratory evaluation of one-component enamel/dentin bonding agents. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.5, p.206-210, 1996.
  13. FORTIN D. *et al.* Bond strength and microleakage of current dentin adhesives. **Dent Mat**, Washington, v.10, n.4, p.253-258, 1994.
  14. FRAUNHORFER J.A. *et al.* The effect of tooth preparation on microleakage behavior. **Oper Dent**, Seattle, v.25, p.526-533, 2000.

15. GOODIS H.E. *et al.* Storage effects on dentin permeability shear bond strengths. **Dent Mat**, Washington, v.9, n.2, p.79-84, 1993.
16. GORDAN V. *et al.* Evaluation of adhesive systems using acidic primers. **Am J Dent**, San Antonio, v.10, n.5, p.219-223, 1997.
17. GUSZMÁN-ARMSTRONG S., ARMSTRONG S.R., QIAN F. Relationship between nanoleakage and microtensile bond strength at the resin-dentin interface. **Oper Dent**, Seattle, v.28, p.60-66, 2003.
18. GWINNETT A.J., YU S. Effect of long-term water storage on dentin bonding. **Am J Dent**, San Antonio, v.7, p.109-111, 1994.
19. HANNING M., FEMERLING T. Influence of air-abrasion treatment on the interfacial bond between composite and dentin. **Oper Dent**, Seattle, v.23, p.258-265, 1998.
20. HASHIMOTO M., *et al.* Resin-tooth adhesive interface after long-term function. **Am J Dent**, San Antonio, v.14, n.4, p.211-215, 2001.
21. \_\_\_\_\_ *et al.* *In vitro* degradation of resin dentin bonds in humans over 1 to 3 years. **J Dent Res**, Washington, v.79, n.6, p.1385-1391, 2000.
22. \_\_\_\_\_ *et al.* Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. **J Biomedical Mat Res**, New York, Part B: Appl Biomater v.66B, p.324-330, 2003a.

23. \_\_\_\_\_ *et al.* *In vitro* degradation of resin dentin bonds analysed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. **Biomaterials**, Oxford, v.24, p.3795-3803, 2003b.
24. KITASAKO Y., *et al.* The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. **Dent Mat**, Washington, v.16, p.1-6, 2000.
25. LI H.P., BURROW M.F., TYAS M.J. The effect of long term storage on nanoleakage. **Oper Dent**, Seattle, v.26, p.609-616, 2001.
26. LOS S.A., BARKMEIER W.W. Effects of air abrasion with aluminum oxide and hydroxyapatite on adhesive bond strength. **Oper Dent**, Seattle, v.19, p.169-175. 1994.
27. MIYAZAKI M., *et al.* Effect of self-etching primer application method on enamel bond strength **Am J Dent**, San Antonio, v.15, n.6, p.412-416, 2002a.
28. \_\_\_\_\_, IWASAKI K., ONOSE H. Adhesion of single application bonding systems to bovine enamel and dentin. **Oper Dent**, Seattle, v.27, p.88-94, 2002b.
29. \_\_\_\_\_ *et al.* Enamel and dentin bond strengths of single application bonding systems. **Am J Dent**, San Antonio, v.4, n.6, p.361-366, 2001.
30. MONTES M.A.J.R. *et al.*, A morphological and tensile bond strength evaluation of an unfilled adhesive with low-viscosity composites and a filled adhesive in

- one and two coats. **Dent Mat**, Washington, v.29, p.435-441, 2001.
31. MUNCK J. *et al.* Four years water degradation of total etch adhesive bonded to dentin. **J Dent Res**, Washington, v.82, n.2, p.136-140, 2003.
32. NAKAJIMA M. *et al.* The Durability of a fluoride-releasing resin adhesive system to dentin. **Oper Dent**, Seattle, v.28, n.2, p.186-192, 2003.
33. OKUDA M. *et al.* Relationship between nanoleakage and long-term durability of dentin bonds. **Oper Dent**, Seattle, v.26, n.5 p.482-490, 2001.
34. \_\_\_\_\_ *et al.* Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs microtensile bond strength. **Oper Dent**, Seattle, v.27, p.289-296, 2002.
35. PASHLEY D.H. Clinical correlation of dentin structure and function. **J Prosthet Dent**, St Louis, v.66, n.6, p.777-781, 1991.
36. \_\_\_\_\_ *et al.* Adhesion testing of dentin bonding agents: A review. **Dent Mat**, Washington, v.11, p.117-125, 1995.
37. PERDIGÃO J. *et al.* The interaction of adhesives systems with human dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.9, n.4, p.167-173, 1996.
38. PILO R. *et al.* Effect of preliminary treatment of the dentin surface on the shear bond strength of resin composite to dentin. **Oper Dent**, Seattle, v.26, p.569-575, 2001.
39. RETIEF D.H. Effect of conditioning the enamel surface with phosphoric acid. **J Dent Res**, Washington, v.52, n.2, p.333-341, 1973.

40. RINAUDO P.J., COCHRAN M.A., MOORE B.K. The effect of air abrasion on shear bond strength to dentin with dental adhesives. **Oper Dent**, Seattle, v.22, p.254-259, 1997.
41. ROEDER L.B. *et al.* Bond strength of composite to air-abraded enamel and dentin. **Oper Dent**, Seattle, v.20, p.186-190, 1995.
42. SANO H. *et al.* Tensile properties of mineralized demineralized human and bovine dentin. **J Dent Res**, Washington, v.73, n.6, p.1205-1211, 1994.
43. \_\_\_\_\_ *et al.* Long-term durability of dentin bonds made with self-etching primer, *in vivo*. **J Dent Res**, Washington, v.78(4) 906-911, 1999.
44. SETTEMBRINI L. *et al.* A single-component bonding system microleakage study. **Gen Dent**, Chicago, v.45, n.4, p.341-343, 1997.
45. SHONO Y. *et al.* Durability of resin-dentin bonds. **J Adhes Dent**, Berlin, v.1, n.3, p.211-218, 1999.
46. SWIFT JR. E.J., PERDIGÃO J., HEYMANN H.O. Bonding to enamel and dentin: A brief history and state of the art, 1995 **Quintessence Int**, Berlin, v.26, n.2, p.95-110, 1995.
47. TAKAHASHI A. *et al.* Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. **Dent Mat**, Washington, v.8, p.263-268, 2002.

48. TANUMIHARJA M., BURROW M.F., TYAS M.J. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems **Dent Mat**, Washington, v.16, n.3, p.180-187, 2000.
49. TAY F.R., PASHLEY D.H. Water treeing – A potential mechanism for degradation of dentin adhesives **Am J Dent**, San Antonio, v.16, n.1, p.6-12, 2003.
50. \_\_\_\_\_ *et al.* How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? **J Adhes Dent**, Berlin, v.4, n.4, p.255-269, 2002a.
51. \_\_\_\_\_, PASHLEY D.H., YOSHIYAMA M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. **J Dent Res**, Washington, v.81, n.7, p.472-476, 2002b.
52. \_\_\_\_\_ *et al.* Single steps adhesives are permeable membranes. **J Dent**, Oxford, v.30, p.371-382, 2002c.
53. TOLEDANO M. *et al.* Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. **Am J Dent**, San Antonio, v.14, n.4, p.205-210, 2001.
54. VAN MEERBEEK B. *et al.* Morphological aspects of the resin dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. **J Dent Res**, Washington, v.71, n.8, p.1530-1540, 1992.
55. \_\_\_\_\_ *et al.* The clinical performance of adhesives. **J Dent**, Oxford, v.26, n.1, p.1-20, 1998.
56. YOSHIYAMA M. *et al.* Regional bond strengths of self-etching/self-priming







adhesives systems. **J Dent**, Oxford, v.26, n.7, p.609-616, 1998.

## Anexos

### ANEXO 1

*Certificado de aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa – protocolo nº 068/2003*

|   |   |   |
|---|---|---|
|    | <b>COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA</b><br>UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS<br>FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA<br><b>CERTIFICADO</b>                                 |  |
| <p>Certificamos que o Projeto de pesquisa intitulado "Durabilidade de sistemas adesivos dentinários utilizados com ou sem prévio jateamento de óxido de alumínio", sob o protocolo nº <b>068/2003</b>, da Pesquisadora <b>Fabiana Mantovani Gomes</b> sob a responsabilidade do Prof. Dr. <b>José Roberto Lovadino</b>, está de acordo com a Resolução 196/96 do Conselho Nacional de Saúde/MS, de 10/10/96, tendo sido aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa – FOP.</p>  |   |   |
| <p>We certify that the research project with title "Adhesive systems durability used with or without dentin aluminum oxide air abrasion", protocol nº <b>068/2003</b>, by Researcher <b>Fabiana Mantovani Gomes</b>, responsibility by Prof. Dr. <b>José Roberto Lovadino</b>, is in agreement with the Resolution 196/96 from National Committee of Health/Health Department (BR) and was approved by the Ethical Committee in Research at the Piracicaba Dentistry School/UNICAMP (State University of Campinas).</p> |   |   |
| <p>Piracicaba, 05 de setembro de 2003</p>   |   |   |
| <br><b>Prof. Dr. Antonio Fernando Martorelli de Lima</b><br>Secretário<br>CEP/FOP/UNICAMP  | <br><b>Prof. Dr. Antonio Bento Alves de Moraes</b><br>Coordenador<br>CEP/FOP/UNICAMP | <p>Piracicaba, SP, Brazil, September 05 2003</p>                                  |

## ANEXO 2

### *Aleatorização dos Tratamentos*

Os dentes foram numerados de 1 a 72, os tratamentos foram designados a cada um deles através de sorteio.

➤ N° de tratamentos = 12

Tratamento **1** = One Up Bond com jateamento/24 horas (n=6)

Tratamento **2** = One Up Bond com jateamento/90 dias (n=6)

Tratamento **3** = One Up Bond com jateamento/180 dias (n=6)

Tratamento **4** = One Up Bond sem jateamento/24 horas (n=6)

Tratamento **5** = One Up Bond sem jateamento/90 dias (n=6)

Tratamento **6** = One Up Bond sem jateamento/180 dias (n=6)

Tratamento **7** = Clearfil SE Bond com jateamento/24 horas (n=6)

Tratamento **8** = Clearfil SE Bond com jateamento/90 dias (n=6)

Tratamento **9** = Clearfil SE Bond com jateamento/180 dias (n=6)

Tratamento **10** = Clearfil SE Bond sem jateamento/24 horas (n=6)

Tratamento **11** = Clearfil SE Bond sem jateamento/90 dias (n=6)

Tratamento **12** = Clearfil SE Bond sem jateamento/180 dias (n=6)

| Nº | T  | Nº | T  | Nº | T  | Nº | T  | Nº | T  | Nº | T  |
|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| 1  | 12 | 13 | 7  | 25 | 7  | 37 | 3  | 49 | 1  | 61 | 2  |
| 2  | 9  | 14 | 3  | 26 | 8  | 38 | 1  | 50 | 10 | 62 | 11 |
| 3  | 12 | 15 | 10 | 27 | 10 | 39 | 2  | 51 | 12 | 63 | 1  |
| 4  | 5  | 16 | 7  | 28 | 8  | 40 | 8  | 52 | 9  | 64 | 6  |
| 5  | 2  | 17 | 4  | 29 | 11 | 41 | 3  | 53 | 1  | 65 | 7  |
| 6  | 4  | 18 | 11 | 30 | 7  | 42 | 10 | 54 | 11 | 66 | 11 |
| 7  | 2  | 19 | 2  | 31 | 5  | 43 | 9  | 55 | 8  | 67 | 6  |
| 8  | 1  | 20 | 5  | 32 | 5  | 44 | 7  | 56 | 3  | 68 | 4  |
| 9  | 2  | 21 | 8  | 33 | 6  | 45 | 12 | 57 | 10 | 69 | 12 |
| 10 | 9  | 22 | 1  | 34 | 9  | 46 | 5  | 58 | 4  | 70 | 6  |
| 11 | 6  | 23 | 12 | 35 | 4  | 47 | 10 | 59 | 8  | 71 | 11 |
| 12 | 9  | 24 | 6  | 36 | 3  | 48 | 3  | 60 | 5  | 72 | 4  |

Nº= Número dos dentes

T= Tratamentos

### ANEXO 3

*Médias em MPa de resistência a microtração - 24 horas*

#### One Up Bond F Com Jateamento de Óxido de Alumínio - 24 horas

| <u>Dente 8</u> | <u>Dente 22</u> | <u>Dente 38</u> | <u>Dente 49</u> | <u>Dente 53</u> | <u>Dente 63</u> |
|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 28,3585        | 36,0223         | 14,2375         | 36,1201         | 25,6250         | 29,3550         |
| 43,8333        | 29,7203         | 22,2562         | 40,1900         | 26,1036         | 29,3649         |
| 22,9691        | 36,5395         | 17,6582         | 19,1851         | 17,7262         | 34,2553         |
| 47,6205        | 33,0849         | 17,4802         | 27,0572         | 25,2593         | 26,0311         |
| 15,5204        | 21,8258         | 24,2699         | 34,5652         | 15,8958         | 37,0783         |
| 38,5194        | 27,4272         | 20,6772         | 28,5253         | 29,0395         | 35,7834         |

#### One Up Bond F Sem Jateamento de Óxido de Alumínio - 24 horas

| <u>Dente 6</u> | <u>Dente 17</u> | <u>Dente 35</u> | <u>Dente 58</u> | <u>Dente 68</u> | <u>Dente 72</u> |
|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 17,3494        | 29,3182         | 29,9479         | 28,8261         | 27,58519        | 29,2739         |
| 28,0381        | 24,5745         | 34,7988         | 20,1684         | 31,95120        | 37,2182         |
| 31,9568        | 37,7480         | 34,9402         | 25,0303         | 12,80000        | 33,6230         |
| 35,7330        | 27,6908         | 15,9302         | 34,3843         | 31,35253        | 18,7777         |
| 36,5474        | 44,5247         | 17,1186         | 41,6971         | 24,29149        | 22,3989         |
| 46,1636        | 31,6241         | 27,5908         | 27,8526         | 21,98988        | 38,0526         |

#### Clearfil SE Bond Com Jateamento de Óxido de Alumínio - 24 horas

| <u>Dente 13</u> | <u>Dente 16</u> | <u>Dente 25</u> | <u>Dente 30</u> | <u>Dente 44</u> | <u>Dente 65</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 31,5413         | 30,4600         | 23,7677         | 17,5143         | 37,3166         | 43,3349         |
| 19,3805         | 22,0346         | 20,9368         | 21,2222         | 25,8451         | 28,9494         |
| 14,7573         | 39,1468         | 22,2500         | 26,5268         | 25,6755         | 15,7451         |
| 16,2324         | 24,6634         | 25,6847         | 17,7510         | 28,5518         | 33,7701         |
| 29,2481         | 30,2676         | 25,4239         | 25,8285         | 29,0022         | 26,7154         |
| 31,9313         | 31,5485         | 33,6924         | 18,6736         | 39,5259         | 38,7739         |

#### Clearfil SE Bond Sem Jateamento de Óxido de Alumínio - 24 horas

| <u>Dente 15</u> | <u>Dente 27</u> | <u>Dente 42</u> | <u>Dente 47</u> | <u>Dente 50</u> | <u>Dente 57</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 26,2073         | 25,3407         | 41,9213         | 15,9310         | 30,3569         | 29,103          |
| 21,1910         | 27,3901         | 32,5373         | 27,4824         | 32,3646         | 43,429          |
| 36,7826         | 37,9303         | 29,1259         | 31,3333         | 15,3662         | 20,869          |
| 28,5833         | 31,0198         | 28,4200         | 38,7368         | 41,2083         | 41,564          |
| 34,8347         | 22,0403         | 40,7527         | 23,0588         | 40,4655         | 31,488          |
| 34,6993         | 42,5258         | 25,0864         | 36,4790         | 34,9667         | 35,038          |
| 23,3961         | 39,0055         | 31,9957         | 31,6319         |                 | 44,074          |

## ANEXO 4

*Médias em MPa de resistência a microtração - 90 dias*

### One Up Bond F Com Jateamento de Óxido de Alumínio - 90 dias

| <u>Dente 5</u> | <u>Dente 7</u> | <u>Dente 9</u> | <u>Dente 19</u> | <u>Dente 39</u> | <u>Dente 61</u> |
|----------------|----------------|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 18,4082        | 18,6461        | 35,5397        | 27,0105         | 34,4081         | 17,2169         |
| 17,1359        | 26,1222        | 15,3125        | 33,0478         | 19,6237         | 17,5368         |
| 28,4356        | 30,6050        | 27,6146        | 35,8501         | 19,9564         | 16,4593         |
| 20,8830        | 31,3939        | 29,2453        | 22,2186         | 20,5352         | 25,5426         |
| 19,1111        | 30,4322        | 29,3323        | 17,7290         | 36,0892         | 35,1418         |
| 36,2140        | 26,8510        | 13,4329        | 42,5106         | 22,3734         | 22,6947         |
| 28,8154        | 40,0541        |                | 43,4019         | 43,3480         |                 |

### One Up Bond F Sem Jateamento de Óxido de Alumínio - 90 dias

| <u>Dente 4</u> | <u>Dente 20</u> | <u>Dente 31</u> | <u>Dente 32</u> | <u>Dente 46</u> | <u>Dente 60</u> |
|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 21,2703        | 32,0099         | 27,7601         | 19,4814         | 29,6356         | 23,9910         |
| 23,4154        | 30,5619         | 30,9371         | 7,0275          | 22,8085         | 21,8800         |
| 31,129         | 34,8716         | 35,9594         | 20,4904         | 28,3436         | 41,9553         |
| 19,6779        | 34,1260         | 10,0884         | 31,9084         | 32,9831         | 28,2126         |
| 33,8259        | 11,1134         | 17,3512         | 42,4486         | 13,9635         | 15,9524         |
| 27,3711        | 19,5178         | 29,9158         | 9,6608          | 11,4375         | 17,6208         |
| 17,6765        | 14,7319         | 28,3542         | 21,0115         | 23,2983         | 21,3163         |

### Clearfil SE Bond Com Jateamento de Óxido de Alumínio - 90 dias

| <u>Dente 21</u> | <u>Dente 26</u> | <u>Dente 28</u> | <u>Dente 40</u> | <u>Dente 55</u> | <u>Dente 59</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 26,8736         | 11,1101         | 22,0403         | 37,3158         | 20,9553         | 33,2457         |
| 13,2705         | 35,4468         | 29,6298         | 35,8512         | 38,2938         | 17,4061         |
| 38,0778         | 21,8263         | 12,7280         | 33,1732         | 21,0408         | 45,3391         |
| 44,3805         | 23,8566         | 19,1443         | 33,1662         | 11,4551         | 38,4314         |
| 18,1971         | 25,8068         | 33,0187         | 23,2652         | 36,4257         | 18,8216         |
| 16,5579         |                 | 20,8974         | 18,0526         | 29,9381         | 19,7743         |
| 32,0161         |                 |                 | 15,9631         | 34,4587         | 33,5753         |

### Clearfil SE Bond Sem Jateamento de Óxido de Alumínio - 90 dias

| <u>Dente 18</u> | <u>Dente 29</u> | <u>Dente 54</u> | <u>Dente 62</u> | <u>Dente 66</u> | <u>Dente 71</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 6,8006          | 10,3988         | 9,8056          | 20,7586         | 28,5280         | 16,2130         |
| 12,6089         | 10,1903         | 30,1992         | 9,6166          | 18,1666         | 17,9495         |
| 20,6435         | 45,1835         | 26,5294         | 8,6421          | 30,9707         | 36,4506         |
| 18,7346         | 32,4036         | 33,2759         | 26,9715         | 16,5282         | 8,3659          |
| 8,8986          | 39,6793         | 16,1809         | 18,1535         | 8,6040          | 27,5405         |
| 5,7800          | 12,8840         | 25,9342         | 30,0623         | 14,8004         | 11,3673         |
|                 | 41,7813         | 10,7466         | 12,3551         | 12,3838         |                 |

## ANEXO 5

*Médias em MPa de resistência a microtração – 180 dias*

### One Up Bond F Com Jateamento de Óxido de Alumínio - 180 dias

| <u>Dente 14</u> | <u>Dente 36</u> | <u>Dente 37</u> | <u>Dente 41</u> | <u>Dente 48</u> | <u>Dente 56</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 21,9497         | 20,4909         | 15,9001         | 11,4622         | 22,8967         | 9,4461          |
| 29,0330         | 28,1931         | 15,7127         | 20,6336         | 14,8947         | 18,6270         |
| 15,4993         | 28,4745         | 26,0373         | 10,7858         | 29,4897         | 23,4604         |
| 24,4093         | 20,7450         | 16,6637         | 17,9256         | 31,9375         | 12,1505         |
| 18,9732         | 23,1978         | 24,3292         | 16,5939         | 29,5033         | 33,3195         |
| 17,7836         | 27,3992         | 18,7473         | 16,3787         | 22,1145         | 17,7149         |
| 25,4942         |                 |                 |                 | 21,8924         |                 |

### One Up Bond F Sem Jateamento de Óxido de Alumínio - 180 dias

| <u>Dente 11</u> | <u>Dente 24</u> | <u>Dente 33</u> | <u>Dente 64</u> | <u>Dente 67</u> | <u>Dente 70</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 26,3031         | 13,9720         | 13,9153         | 21,5980         | 10,6182         | 29,7706         |
| 18,7982         | 23,5962         | 11,5870         | 9,9278          | 7,1681          | 20,7980         |
| 12,7265         | 7,6262          | 16,5823         | 9,4998          | 12,9270         | 27,2500         |
| 12,7239         | 8,0396          | 34,8257         | 25,4986         | 20,0625         | 25,6068         |
| 23,2626         | 13,3085         | 20,7005         | 24,2834         | 20,1825         | 24,2771         |
| 14,3136         | 15,8078         | 16,6632         | 10,5906         | 17,5665         | 24,0691         |
| 12,8162         |                 |                 |                 |                 |                 |

### Clearfil SE Bond Com Jateamento de Óxido de Alumínio - 180 dias

| <u>Dente 2</u> | <u>Dente 10</u> | <u>Dente 12</u> | <u>Dente 34</u> | <u>Dente 43</u> | <u>Dente 52</u> |
|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 13,4320        | 35,2587         | 13,6348         | 14,4114         | 15,9970         | 13,1456         |
| 8,2164         | 19,1888         | 29,4759         | 27,4755         | 18,5222         | 16,5000         |
| 19,7885        | 24,3547         | 19,5248         | 28,2283         | 13,3290         | 13,9043         |
| 33,5251        | 26,0126         | 25,4593         | 26,9963         | 25,9034         | 10,6670         |
| 13,1557        | 24,3475         | 17,4429         | 10,4930         | 29,5354         | 29,4000         |
| 17,3962        | 27,7304         | 28,8707         | 30,0279         | 12,0349         | 11,6182         |

### Clearfil SE Bond Sem Jateamento de Óxido de Alumínio - 180 dias

| <u>Dente 1</u> | <u>Dente 3</u> | <u>Dente 23</u> | <u>Dente 45</u> | <u>Dente 51</u> | <u>Dente 69</u> |
|----------------|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 23,8361        | 29,1541        | 28,2584         | 14,2762         | 16,1918         | 20,2331         |
| 17,0448        | 13,7326        | 17,5496         | 21,6568         | 13,3053         | 20,9032         |
| 14,8691        | 23,0423        | 17,2507         | 19,9073         | 18,6231         | 22,0733         |
| 37,3501        | 17,2663        | 20,9051         | 30,7728         | 16,6135         | 19,0853         |
| 18,6980        | 29,3810        | 13,5964         | 21,5178         | 28,7883         | 11,1911         |
| 22,3443        | 14,9891        | 7,8927          | 13,5269         |                 | 21,5398         |

## Anexo 6

*Padrão de Fratura – 24 horas*

One Up Bond F com jateamento

| <u>dente 8</u> | <u>dente 22</u> | <u>dente 38</u> | <u>dente 49</u> | <u>dente 53</u> | <u>dente 63</u> |
|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 3              | 1               | 3               | 3               | 2               | 3               |
| 3              | 3               | 3               | 2               | 5               | 2               |
| 2              | 2               | 2               | 3               | 5               | 5               |
| 1              | 3               | 3               | 2               | 1               | 1               |
| 3              | 5               | 5               | 3               | 5               | 3               |
| 3              | 3               | 3               | 2               | 3               | 3               |

One Up Bond F sem jateamento

| <u>dente 6</u> | <u>dente 17</u> | <u>dente 35</u> | <u>dente 58</u> | <u>dente 68</u> | <u>dente 72</u> |
|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 3              | 1               | 3               | 3               | 2               | 3               |
| 1              | 1               | 3               | 2               | 1               | 1               |
| 3              | 3               | 5               | 3               | 3               | 2               |
| 2              | 2               | 5               | 3               | 3               | 3               |
| 2              | 1               | 3               | 3               | 2               | 2               |
| 1              | 3               | 5               | 2               | 3               | 1               |

Clearfil SE Bond com jateamento

| <u>dente 13</u> | <u>dente 16</u> | <u>dente 25</u> | <u>dente 30</u> | <u>dente 44</u> | <u>dente 65</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 3               | 1               | 3               | 3               | 5               | 3               |
| 5               | 1               | 5               | 3               | 3               | 5               |
| 3               | 3               | 2               | 3               | 1               | 5               |
| 1               | 3               | 3               | 2               | 3               | 3               |
| 3               | 3               | 3               | 3               | 3               | 3               |
| 2               | 2               | 3               | 2               | 2               | 3               |

Clearfil SE Bond sem jateamento

| <u>dente 15</u> | <u>dente 27</u> | <u>dente 42</u> | <u>dente 47</u> | <u>dente 50</u> | <u>dente 57</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 2               | 5               | 3               | 3               | 2               | 1               |
| 3               | 3               | 3               | 1               | 1               | 3               |
| 3               | 2               | 3               | 3               | 2               | 3               |
| 3               | 5               | 2               | 1               | 3               | 1               |
| 2               | 5               | 3               | 5               | 2               | 2               |
| 2               | 5               | 2               | 3               | 3               | 2               |
| 2               | 3               | 2               | 3               |                 | 3               |

**Anexo 7**  
*Padrão de Fratura – 90 dias*

One Up Bond com jateamento - 90 dias

| <u>dente 5</u> | <u>dente 7</u> | <u>dente 9</u> | <u>dente 19</u> | <u>dente 39</u> | <u>dente 61</u> |
|----------------|----------------|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 3              | 3              | 3              | 3               | 2               | 3               |
| 2              | 3              | 3              | 3               | 3               | 2               |
| 2              | 2              | 3              | 2               | 3               | 3               |
| 3              | 3              | 5              | 3               | 2               | 2               |
| 1              | 3              | 3              | 3               | 3               | 3               |
| 3              | 3              | 1              | 2               | 3               | 3               |
| 3              | 2              |                | 3               | 3               |                 |

One Up Bond sem jateamento - 90 dias

| <u>dente 4</u> | <u>dente 20</u> | <u>dente 31</u> | <u>dente 32</u> | <u>dente 46</u> | <u>dente 60</u> |
|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 1              | 3               | 3               | 3               | 3               | 2               |
| 3              | 3               | 2               | 3               | 3               | 2               |
| 2              | 3               | 3               | 3               | 2               | 3               |
| 3              | 2               | 3               | 3               | 3               | 3               |
| 3              | 3               | 2               | 2               | 3               | 1               |
| 2              | 2               | 2               | 2               | 2               | 3               |
| 2              | 3               | 3               | 2               | 2               | 3               |

Clearfil SE Bond com jateamento - 90 dias

| <u>dente 21</u> | <u>dente 26</u> | <u>dente 28</u> | <u>dente 40</u> | <u>dente 55</u> | <u>dente 59</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 3               | 1               | 3               | 2               | 3               | 3               |
| 2               | 1               | 2               | 3               | 2               | 1               |
| 3               | 2               | 3               | 1               | 3               | 5               |
| 1               | 3               | 3               | 3               | 3               | 3               |
| 1               | 1               | 1               | 3               | 5               | 2               |
| 1               |                 | 2               | 2               | 3               | 1               |
| 2               |                 |                 | 1               | 2               | 2               |

Clearfil SE Bond sem jateamento - 90 dias

| <u>dente 18</u> | <u>dente 29</u> | <u>dente 54</u> | <u>dente 62</u> | <u>dente 66</u> | <u>dente 71</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 1               | 1               | 1               | 1               | 5               | 3               |
| 1               | 3               | 3               | 3               | 5               | 1               |
| 1               | 2               | 1               | 2               | 1               | 3               |
| 3               | 1               | 2               | 1               | 1               | 3               |
| 1               | 1               | 1               | 1               | 2               | 2               |
| 2               | 3               | 1               | 2               | 2               | 3               |
|                 | 2               | 2               | 1               | 1               |                 |



## Anexo 8

### *Padrão de Fratura – 180 dias*

One Up Bond F com jateamento

| <u>dente 14</u> | <u>dente 36</u> | <u>dente 37</u> | <u>dente 41</u> | <u>dente 48</u> | <u>dente 56</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 2               | 2               | 2               | 3               | 2               | 3               |
| 5               | 2               | 3               | 3               | 3               | 2               |
| 2               | 2               | 3               | 3               | 2               | 3               |
| 3               | 2               | 2               | 2               | 3               | 2               |
| 2               | 2               | 1               | 3               | 2               | 1               |
| 3               | 3               | 2               | 2               | 3               | 2               |
| 2               |                 |                 |                 | 2               |                 |

One Up Bond F sem jateamento

| <u>dente 11</u> | <u>dente 24</u> | <u>dente 33</u> | <u>dente 64</u> | <u>dente 67</u> | <u>dente 70</u> |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 2               | 3               | 2               | 2               | 2               | 2               |
| 3               | 3               | 2               | 3               | 2               | 2               |
| 3               | 5               | 3               | 3               | 2               | 2               |
| 3               | 3               | 1               | 2               | 3               | 3               |
| 3               | 2               | 1               | 3               | 2               | 2               |
| 3               | 2               | 3               | 2               | 3               | 3               |
| 2               |                 |                 |                 |                 |                 |

Clearfil SE Bond com jateamento

| <u>dente 2</u> | <u>dente 10</u> | <u>dente 12</u> | <u>dente 34</u> | <u>dente 43</u> | <u>dente 52</u> |
|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 3              | 2               | 3               | 2               | 3               | 2               |
| 5              | 3               | 2               | 2               | 2               | 2               |
| 2              | 2               | 2               | 3               | 5               | 2               |
| 2              | 3               | 3               | 2               | 2               | 1               |
| 2              | 3               | 2               | 3               | 2               | 1               |
| 3              | 2               | 2               | 2               | 2               | 1               |

Clearfil SE Bond sem jateamento

| <u>dente 1</u> | <u>dente 3</u> | <u>dente 23</u> | <u>dente 45</u> | <u>dente 51</u> | <u>dente 69</u> |
|----------------|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 2              | 3              | 2               | 2               | 1               | 2               |
| 1              | 1              | 2               | 1               | 1               | 1               |
| 3              | 1              | 1               | 2               | 3               | 3               |
| 1              | 1              | 1               | 1               | 2               | 2               |
| 2              | 2              | 3               | 2               | 1               | 1               |
| 1              | 2              | 2               | 1               |                 | 2               |

## Anexo 9

### *Estudo de suposições prévio a análise de variância*

Preliminarmente à análise de variância deve ser efetuado um estudo que visa garantir a validade dos resultados obtidos através dela. Sendo assim, devem ser testadas as suposições que embasam a análise de variância e isto é feito através de uma série de medidas estatísticas usadas para esta finalidade.

Em seguida, um primeiro resultado do estudo de suposições é apresentado e comentado:

```
C.FABIANA
OBSERVATIONS (N=474): all
    456 observations were used in the analysis
    18 observations with missing values were excluded
ANALYSIS: Multiple regression and ANOVA
RESPONSE: m_pa
FACTORS: adesivo jateamento tempo
CLASSES: adesivo jateamento tempo
Model:      ADESIVO, JATEAMENTO, TEMPO, ADESIVO*JATEAMENTO,
            ADESIVO*TEMPO, JATEAMENTO*TEMPO, ADESIVO*JATEAMENTO*TEMPO
USER-EXCLUDED OBSERVATIONS: none
ASSUMPTIONS VIOLATED:
    Response scaling
```

No primeiro estudo de suposições observam-se violações à suposição de escala da variável de resposta.

A violação a esta suposição prejudica a confiança que teríamos nos resultados da análise de variância, sendo assim, deve-se procurar algum mecanismo que permita a correção das violações observadas.

Parte-se então para um estudo de transformação de dados seguindo a metodologia de BOX-COX<sup>2</sup> que nos estima uma potência capaz de maximizar a verossimilhança tornando mais fácil a modelagem dos dados. O estudo de transformação dos dados tem seus resultados listados e comentados em seguida:

```

+LAB: Optimal Power Transformation-----
Specify powers:  [-0.5 TO 1.5 BY 0.1          ]

                                Recalculate

                                Power
                                Optimal:      0.6

                                To be used:  [ 0.6    ]
-----
Optimal Power Transformation

The optimal power transformation analysis suggests that the power 0.6 of m_pa my
be more easily modeled; however, this transformation is not appreciably better
than its square root.

```

O estudo de potência ótima revela que a potência 0,6 pode permitir uma melhor modelagem dos dados. Uma vez detectado a potência ótima, parte-se para um estudo de suposições dos dados transformados, a fim de se avaliar a eficácia da aplicação desta transformação sobre os resultados da análise, sendo assim, um novo estudo de suposições era apresentado, desta vez feito com os dados transformados.

```

C.FABIANA
OBSERVATIONS (N=474): all
    456 observations were used in the analysis
    18 observations with missing values were excluded
ANALYSIS: Multiple regression and ANOVA
RESPONSE: m_pa**0.6
FACTORS:  adesivo jateamento tempo
CLASSES:  adesivo jateamento tempo
Model:    ADESIVO, JATEAMENTO, TEMPO, ADESIVO*JATEAMENTO,
          ADESIVO*TEMPO, JATEAMENTO*TEMPO, ADESIVO*JATEAMENTO*TEMPO
USER-EXCLUDED OBSERVATIONS:  none
ASSUMPTIONS VIOLATED: none

```

Não são mais observados indícios de violações às suposições que embasam a análise de variância o que garante a validade da aplicação desta técnica ao invés de outras abordagens que se revelariam menos poderosas.

## Anexo 10

### Relatório estatístico – Padrão de Fratura

Recomenda-se iniciar a interpretação dos resultados com o estudo das proporções de padrões de fratura encontrados no estudo. A Tabela 1 resume as proporções de cada um dos tipos e o correspondente teste de qui-quadrado para testar a hipótese de igualdade das proporções.

**Tabela 1.** Freqüências e porcentagens, simples e acumuladas dos diversos padrões de fraturas observados e teste de qui-quadrado para testar a igualdade das proporções com nível de significância alfa de 5% ( $\alpha=0,05$ ). Proporções com letras iguais não diferem entre si pelo teste de Qui-quadrado

|                                    |                |          | ----- Acumuladas ----- |         | Teste de     |         |
|------------------------------------|----------------|----------|------------------------|---------|--------------|---------|
| Padrão                             | Frequência     | Percent  | Frequência             | Percent | qui-quadrado |         |
| 1                                  | 78             | 17.11    | 78                     | 17.11   | C            |         |
| 2                                  | 156            | 34.21    | 234                    | 51.32   | B            |         |
| 3                                  | 194            | 42.54    | 428                    | 93.86   | A            |         |
| 5                                  | 28             | 6.14     | 456                    | 100.00  | D            |         |
| Tamanho efetivo da amostra.....:   |                |          | 456                    |         |              |         |
| Frequência de dados perdidos.....: |                |          | 18                     |         |              |         |
| <hr/>                              |                |          |                        |         |              |         |
| Geral.:                            | Qui-quadrado.: | 147,8596 | G.L.:                  | 3       | Valor-p.:    | <0,0001 |
| 1-2...:                            | Qui-quadrado.: | 26,0000  | G.L.:                  | 1       | Valor-p.:    | <0,0001 |
| 1-3...:                            | Qui-quadrado.: | 49,4706  | G.L.:                  | 1       | Valor-p.:    | <0,0001 |
| 1-5...:                            | Qui-quadrado.: | 23,5849  | G.L.:                  | 1       | Valor-p.:    | <0,0001 |
| 2-3...:                            | Qui-quadrado.: | 4,1257   | G.L.:                  | 1       | Valor-p.:    | <0,0422 |
| 2-5...:                            | Qui-quadrado.: | 89,0435  | G.L.:                  | 1       | Valor-p.:    | <0,0001 |
| 3-5...:                            | Qui-quadrado.: | 124,1261 | G.L.:                  | 1       | Valor-p.:    | <0,0001 |

O estudo através do teste de qui-quadrado calculado com base nas duplas de proporções nos dá fortes indícios da existência de diferenças entre todas as proporções comparadas. Conclui-se, desta forma, que as proporções não são casualmente diferentes, mas sim, fruto de uma diferença consistente.

Através do estudo, pode-se concluir que a proporção de fraturas do tipo 3 é significativamente maior que a de todos os outros tipos e que este tipo corresponde a 42,54% dos casos. Em seguida foi observada uma proporção grande de fraturas do tipo 2 (34,21%) inferior somente à proporção de fraturas do tipo 3, porém, maior que as demais.

Na seqüência, observam-se a maior proporção de fraturas do tipo 1 (17,11%) e, por fim, que as fraturas do tipo 5 são as mais raras dentro daquelas encontradas neste experimento (6,14%), a mais rara dentre as que apareceram neste experimento.

Não apareceu neste estudo, nenhuma fratura do tipo 4.

Uma vez avaliadas as proporções de fraturas independentemente do tipo de tratamento, parte-se para o estudo destes padrões, em função dos fatores aplicados no experimento. Inicialmente, a Tabela 2 permite o estudo da distribuição dos padrões de fratura em função da aplicação do jateamento com óxido de alumínio.

**Tabela 2.** Freqüência, percentagem, percentagem na linha e percentagem na coluna de cada um dos padrões de fratura de acordo com a execução (Com) ou não (Sem) de Jateamento com Óxido de Alumínio. A comparação dos escores nas linhas da tabela é testada através do teste de Cochran-Mantel-Haenszel.

| Jateamento<br>de Óxido<br>de Alumínio           | Padrão de Fratura             |                               |                                |                             | Total         |
|---|-------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|-----------------------------|---------------|
|   | 1                             | 2                             | 3                              | 5                           |               |
| Com   | 26<br>5.70<br>11.56<br>33.33  | 77<br>16.89<br>34.22<br>49.36 | 105<br>23.03<br>46.67<br>54.12 | 17<br>3.73<br>7.56<br>60.71 | 225<br>49.34  |
| Sem   | 52<br>11.40<br>22.51<br>66.67 | 79<br>17.32<br>34.20<br>50.64 | 89<br>19.52<br>38.53<br>45.88  | 11<br>2.41<br>4.76<br>39.29 | 231<br>50.66  |
| Total   | 78<br>17.11                   | 156<br>34.21                  | 194<br>42.54                   | 28<br>6.14                  | 456<br>100.00 |
| Tamanho efetivo da amostra.....: 456            |                               |                               |                                |                             |               |
| Freqüência de dados perdidos.....: 18           |                               |                               |                                |                             |               |
| Hipótese alternativa (C.M.H.)                   |                               | GL                            | Valor                          | valor-p                     |               |
| Correlação diferente de zero .....              |                               | 1                             | 8.9731                         | 0.0027                      |               |
| Média de escores das linhas diferem entre si .. |                               | 1                             | 8.9731                         | 0.0027                      |               |
| Há associação Geral .....                       |                               | 3                             | 11.1960                        | 0.0107                      |               |

As estatísticas de CMH nos dão fortes indícios de que devem ser rejeitadas as hipóteses de nulidade. Conclui-se desta forma que há indícios de correlação entre a administração do jateamento e os padrões de fratura, que as médias dos escores das linhas diferem entre si e que há associação geral entre as linhas e colunas da tabela.

Através das porcentagens das linhas (terceira linha) que o padrão de fratura 1 ocorre em 22,51% dos casos sem jateamento contra em apenas 11,56% dos casos no qual foi aplicado o jateamento. Conclui-se, desta forma que este tipo de fratura é duas vezes mais freqüente nos casos sem jateamento.

O tipo de fratura 2 já ocorre distribuído de maneira uniforme entre os dois tratamentos de jateamento com 34,22 % dos casos de fratura nos casos com jateamento e 34,00% dos casos sem jateamento.

No caso das fraturas do tipo 3 e tipo 5 há uma inversão em relação ao tipo 1 já que estas são mais freqüentes nas amostras que sofreram jateamento. A fratura do tipo 3 ocorre em 46,67 % e a de tipo 5 ocorre em 7,56 % dos casos com jateamento contra, respectivamente 38,53% e 4,76% das amostras sem jateamento.

A Tabela 3 trás os testes de qui-quadrado para comparações das proporções dos padrões de fratura dois a dois.

**Tabela 3. Comparações de proporções de padrões dentro dos níveis do fator Jateamento através do teste de qui-quadrado.**

| Jateamento | Padrões | Qui-quadrado | GL | Valor-p | Tamanho da amostra (n) |
|------------|---------|--------------|----|---------|------------------------|
| Com        | 1 - 2   | 25.2524      | 1  | <.0001  | 103                    |
|            | 1 - 3   | 47.6412      | 1  | <0.001  | 131                    |
|            | 1 - 5   | 1.8837       | 1  | 0.1699  | 43                     |
|            | 2 - 3   | 4.3077       | 1  | 0.0379  | 182                    |
|            | 2 - 5   | 38.2979      | 1  | <0.001  | 94                     |
|            | 3 - 5   | 63.4654      | 1  | <0.001  | 122                    |
| Sem        | 1 - 2   | 5.5649       | 1  | 0.0183  | 131                    |
|            | 1 - 3   | 9.7092       | 1  | 0.0018  | 141                    |
|            | 1 - 5   | 26.6825      | 1  | <0.001  | 63                     |
|            | 2 - 3   | 0.5952       | 1  | 0.4404  | 168                    |
|            | 2 - 5   | 51.3778      | 1  | <0.001  | 90                     |
|            | 3 - 5   | 60.8400      | 1  | <0.001  | 100                    |

No grupo “com jateamento”, há indícios de que a proporção maior é a de fraturas do padrão 3 (46,67%) sendo esta proporção significativamente maior à de todas as outras. Em seguida aparece a proporção de fraturas do tipo 2 (34,22%) significativamente maior que as proporções dos padrões 1 e 5 que não diferem entre si.

Já no caso das amostras sem jateamento, há indícios, também que a proporção de fraturas do padrão 3(38,53%) é maior que a de todos os outros tipos, entretanto não há indícios de que esta proporção seja significativamente maior que a do padrão 2(34,20%). Ambas são significativamente maiores às proporções dos outros padrões 1(22,51%). O padrão de fratura 5 apresenta proporção (4,76%) significativamente inferior a todas as demais.

A Tabela 4 permite a comparação das proporções dos níveis de jateamento dentro de cada um dos padrões de fratura.

**Tabela 4.** Frequência e porcentagem dos diversos tipos de fraturas nos dois casos de jateamento estudados. Porcentagens calculadas com base no total de fraturas de cada tipo.

| Jateamento         | Padrões de Fratura |             |              |             |
|--------------------|--------------------|-------------|--------------|-------------|
|                    | 1                  | 2           | 3            | 5           |
| Com                | 26 (33.33%)        | 77 (49.36%) | 105 (54.12%) | 17 (60.71%) |
| Sem                | 52 (66.67%)        | 79 (50.64%) | 89 (45.88%)  | 11 (39.29%) |
| Qui-quadrado       | 8.6667             | 0.0256      | 1.3196       | 1.2857      |
| Graus de liberdade | 1                  | 1           | 1            | 1           |
| Valor-p            | 0.0032             | 0.8728      | 0.2507       | 0.2568      |
| Tamanho da amostra | 78                 | 156         | 194          | 28          |

Observa-se que somente as proporções de fraturas do tipo 1 diferem entre si, ou seja, o jateamento somente afeta significativamente as proporções deste tipo de fratura pelo teste de qui-quadrado com nível de significância de 5%.

No padrão de fratura 1 há maior proporção de fraturas nas amostras sem jateamento. Nos demais padrões de fratura não se pode inferir que as proporções sejam diferentes na população já que o valor-p é superior ao limite estabelecido no nível de significância (5%).

No padrão de fratura 1, observa-se uma diferença bastante consistente, fato que já não ocorre no caso dos padrões 2 e 3. No padrão 5 a diferenças entre as porcentagens é bastante grande, todavia o teste falha em decorrência do pequeno número de amostras com este tipo de fratura já que são apenas 17 e 11 amostras, respectivamente com e sem jateamento.

Um próximo estudo diz respeito ao efeito do fator tempo que pode ser estudado através do teste de CMH, de maneira similar à análise anterior.

A Tabela 5 traz as frequências e porcentagens de amostras com os diversos tipos de fraturas nos diferentes tempos.

**Tabela 5.** Frequência, percentagem, percentagem na linha e percentagem na coluna de cada um dos padrões de fratura de acordo com o tempo (1,90,180) de avaliação. As comparação dos escores nas linhas da tabela é testada através do teste de Cochran-Mantel-Haenszel.

| Tempo   | Padrão de Fratura            |                               |                               |                              | Total         |
|---|------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|------------------------------|---------------|
|   | 1                            | 2                             | 3                             | 5                            |               |
| 1   | 21<br>4.61<br>14.09<br>26.92 | 36<br>7.89<br>24.16<br>23.08  | 73<br>16.01<br>48.99<br>37.63 | 19<br>4.17<br>12.75<br>67.86 | 149<br>32.68  |
| 90  | 34<br>7.46<br>21.12<br>43.59 | 47<br>10.31<br>29.19<br>30.13 | 75<br>16.45<br>46.58<br>38.66 | 5<br>1.10<br>3.11<br>17.86   | 161<br>35.31  |
| 180   | 23<br>5.04<br>15.75<br>29.49 | 73<br>16.01<br>50.00<br>46.79 | 46<br>10.09<br>31.51<br>23.71 | 4<br>0.88<br>2.74<br>14.29   | 146<br>32.02  |
| Total   | 78<br>17.11                  | 156<br>34.21                  | 194<br>42.54                  | 28<br>6.14                   | 456<br>100.00 |
| Tamanho efetivo da amostra.....: 456            |                              |                               |                               |                              |               |
| Frequência de dados perdidos.....: 18           |                              |                               |                               |                              |               |
| Hipótese alternativa (C.M.H.)                   |                              |                               | GL                            | Valor                        | valor-p       |
| Correlação diferente de zero .....              |                              |                               | 1                             | 18.6367                      | <.0001        |
| Média de escores das linhas diferem entre si .. |                              |                               | 2                             | 20.7409                      | <.0001        |
| Há associação Geral .....                       |                              |                               | 6                             | 40.6212                      | <.0001        |

A Tabela 5 traz as frequências e porcentagens de amostras com os diversos tipos de fraturas nos diferentes tempos. Observa-se que o teste de C.M.H. indica haver diferença significativa entre as médias de escores das linhas.

Inicialmente compara-se os tipos de fraturas dentro de cada um dos tempos estudados. Iniciando-se a análise pelo tempo de 1 dia, observa-se que a proporção de fraturas do padrão 3 é significativamente maior que a proporção de fraturas de todos os demais tipos. Em seguida aparece a proporção de fraturas do tipo 2 que ainda é maior que as proporções de fraturas dos tipos 1 e 5 que, por sua vez, não têm indícios de diferenças entre si.

Na análise do tempo de 90 dias, observa-se que o padrão 3 também é o mais freqüente, com proporção significativamente maior que a dos demais padrões. Não há indícios de que as proporções de fraturas dos padrões 1 e 2 difiram entre si mas há indícios de que as proporções de ambos os padrões são significativamente maiores que as proporções do padrão 5.

Por fim, na análise do período de 180 dias, há indícios de diferenças significativas entre todas as proporções sendo maior a proporção do padrão de fratura 2, seguido da proporção de fratura do tipo 3, 1 e, por fim, a menos freqüente é a proporção do tipo 5.

Na seqüência comparou-se as proporções dos níveis de Tempo dentro dos tipos de fraturas. Observa-se que não há indícios de diferença entre as proporções do padrão de fratura 1 dos diversos tempos. Já no caso dos demais padrões de fratura, há indícios de diferenças das proporções, de forma que no padrão de fratura 2 os tempos de 1 e 90 dias não diferem entre si, mas o tempo de 180 dias é significativamente superior a ambos nas proporções deste padrão de fraturas. O padrão de fratura 3, por sua vez tem iguais proporções nos tempos 1 e 90 dias, porém, proporção significativamente inferior no tempo de 180 dias. Por fim, pode-se verificar que a proporção de fraturas do tipo 5 é mais freqüente no dia 1 em relação aos demais tempos estudados.

De maneira similar ao feito com o fator Jateamento, também pode-se estudar o efeito de adesivo. A Tabela 6 traz o resultado geral da comparação dos escores de adesivos.

**Tabela 6.** Freqüência, percentagem, percentagem na linha e percentagem na coluna de cada um dos padrões de fratura de acordo com o tipo de Adesivo empregado. A comparação dos escores nas linhas da tabela é testada através do teste de Cochran-Mantel-Haenszel.

| Adesivo          | Padrão de Fratura |       |       |       | Total  |
|------------------|-------------------|-------|-------|-------|--------|
|                  | 1                 | 2     | 3     | 5     |        |
| Clearfil SE Bond | 58                | 75    | 78    | 16    | 227    |
|                  | 12.72             | 16.45 | 17.11 | 3.51  | 49.78  |
|                  | 25.55             | 33.04 | 34.36 | 7.05  |        |
|                  | 74.36             | 48.08 | 40.21 | 57.14 |        |
| One Up           | 20                | 81    | 116   | 12    | 229    |
|                  | 4.39              | 17.76 | 25.44 | 2.63  | 50.22  |
|                  | 8.73              | 35.37 | 50.66 | 5.24  |        |
|                  | 25.64             | 51.92 | 59.79 | 42.86 |        |
| Total            | 78                | 156   | 194   | 28    | 456    |
|                  | 17.11             | 34.21 | 42.54 | 6.14  | 100.00 |

Tamanho efetivo da amostra.....: 456



Freqüência de dados perdidos....: 18

| Hipótese alternativa (C.M.H.)                   | GL | Valor   | valor-p |
|---|----|---------|---------|
| Correlação diferente de zero .....              | 1  | 9.1130  | 0.0025  |
| Média de escores das linhas diferem entre si .. | 1  | 9.1130  | 0.0025  |
| Há associação Geral .....                       | 3  | 26.6914 | <.0001  |

As estatísticas de CMH nos dão fortes indícios de que devem ser rejeitadas as hipóteses de nulidade. Conclui-se desta forma que há indícios de correlação entre o adesivo e os padrões de fratura, que as médias dos escores das linhas diferem entre si e que há associação geral entre as linhas e colunas da tabela.

Através das porcentagens das linhas (terceira linha) que o padrão de fratura 1 ocorre em 25,55% dos casos do adesivo Clearfil contra e em 8,73% dos casos no qual foi aplicado o adesivo One UP. Conclui-se, desta forma que este tipo de fratura é três vezes mais freqüente quando se utiliza o primeiro adesivo.

O tipo de fratura 2 já ocorre distribuído de maneira uniforme entre os dois adesivos com 33,04 % no adesivo Clearfil e 35,37% dos casos do One Up.

No caso das fraturas do tipo 3 há uma maioria de casos no adesivo One Up (50,66%) contra 34,36 do adesivo Clearfil, sendo ela, portanto, mais freqüente no adesivo One Up.

Por fim o tipo de fratura 5 também se distribui de maneira homogênea entre os dois adesivos correspondendo a 7,05% dos casos de fratura do adesivo Clearfil e 5,24% do adesivo One Up.

A Tabela 7 traz os testes de qui-quadrado para comparação das proporções de padrão dentro de cada um dos níveis de adesivo estudados.

**Tabela 7.** Comparações de proporções de padrões dentro dos níveis do fator Adesivo através do teste de qui-quadrado.

| Adesivo  | Padrões | Qui-quadrado | GL | Valor-p | Tamanho da amostra (n) |
|----------|---------|--------------|----|---------|------------------------|
| Clearfil | 1 - 2   | 2.1729       | 1  | 0.1405  | 133                    |
|          | 1 - 3   | 2.9412       | 1  | 0.0863  | 136                    |
|          | 1 - 5   | 23.8378      | 1  | <.0001  | 74                     |
|          | 2 - 3   | 0.0588       | 1  | 0.8084  | 153                    |
|          | 2 - 5   | 38.2527      | 1  | <.0001  | 91                     |
|          | 3 - 5   | 40.8936      | 1  | <.0001  | 94                     |
| One up   | 1 - 2   | 36.8416      | 1  | <.0001  | 101                    |
|          | 1 - 3   | 67.7647      | 1  | <.0001  | 136                    |
|          | 1 - 5   | 2.0000       | 1  | 0.1573  | 32                     |
|          | 2 - 3   | 6.2183       | 1  | 0.0126  | 197                    |
|          | 2 - 5   | 51.1935      | 1  | <.0001  | 93                     |
|          | 3 - 5   | 84.5000      | 1  | <.0001  | 128                    |

Conclui-se que no adesivo Clearfil SE Bond a proporção de fraturas do padrão 5 é significativamente inferior a todos os demais padrões. Entre os demais padrões (1, 2 e 3), não há indícios de que ocorram em diferentes proporções.

No adesivo Clearfil, por sua vez, o padrão de fratura 3 ocorre em proporção significativamente maior (50,66%) que os demais, seguido pelo padrão de fratura 2

(35,37%) que ainda apresenta proporção significativamente maior que os outros. Por fim, não há indícios para se afirmar que a proporção do padrão de fratura 1 difira significativamente da proporção do padrão de fratura 5.

A Tabela 8, por fim, permite a comparação dos adesivos com relação a cada um dos padrões de fratura.

**Tabela 8.** Frequência e porcentagem dos diversos tipos de fraturas nos dois casos de jateamento estudados. Porcentagens calculadas com base no total de fraturas de cada tipo.

| Adesivo            | Padrões de Fratura |             |              |             |
|--------------------|--------------------|-------------|--------------|-------------|
|                    | 1                  | 2           | 3            | 5           |
| Clearfil           | 58 (74.36%)        | 75 (48.08%) | 78 (40.21%)  | 16 (57.14%) |
| One up             | 20 (25.64%)        | 81 (51.92%) | 116 (59.79%) | 12 (42.86%) |
| Qui-quadrado       | 18.5128            | 0.2308      | 7.4433       | 0.5714      |
| Graus de liberdade | 1                  | 1           | 1            | 1           |
| Valor-p            | <.0001             | 0.6310      | 0.0064       | 0.4497      |
| Tamanho da amostra | 78                 | 156         | 194          | 28          |

Observa-se que nas proporções de fraturas do tipo 1 e 3 há indícios de diferenças entre as proporções de fratura do adesivo Clearfil e One Up.

Enquanto que no adesivo Clearfil há maior proporção de fraturas do padrão 1 que no adesivo One up, há uma inversão quando são comparadas as proporções de fraturas do tipo 3, pois a proporção é maior no adesivo One up.